



# Contribution à la modélisation du comportement mécanique du verre : étude des relations entre densification et indentation

Solène Gicquel

## ► To cite this version:

Solène Gicquel. Contribution à la modélisation du comportement mécanique du verre : étude des relations entre densification et indentation. Mécanique [physics.med-ph]. Université Rennes 1, 2009. Français. NNT : . tel-00426623

**HAL Id: tel-00426623**

**<https://theses.hal.science/tel-00426623>**

Submitted on 27 Oct 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 3878

# THÈSE

Présentée devant

**devant l'Université de Rennes 1**

pour obtenir

le grade de : DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1  
Mention MÉCANIQUE

par

Solène GICQUEL PETIT

Équipe d'accueil : LARMAUR

École Doctorale : Science de la Matière

Composante universitaire : STRUCTURE ET PROPRIÉTÉS DE LA MATIÈRE

Titre de la thèse :

*Contribution à la modélisation du comportement mécanique du verre :  
étude des relations entre densification et indentation*

soutenue le 19 mai 2009 devant la commission d'examen

MM.	Didier	BOUVARD	Rapporteurs
	Philippe	PILVIN	
MM.	Mohammed	HJIAJ	Examineurs
	Ludovic	CHARLEUX	
	Tanguy	ROUXEL	
	Vincent	KERYVIN	



*La science, ce sont d'abord des hommes et des femmes qui cherchent...*  
par le Professeur Thibaut



## Remerciements

Ce travail a été réalisé au LARMAUR, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes 1. Je remercie son directeur, M. le Professeur Tanguy Rouxel d'avoir accepté de diriger cette thèse.

Je remercie vivement M. Didier Bouvard, Professeur à Institut Polytechnique de Grenoble et M. Philippe Pilvin, Professeur à l'Université de Bretagne Sud d'avoir accepter de rapporter ce mémoire. Merci également aux autres membres du jury : M. Ludovic Charleux, Maître de Conférences à l'IUT de Rennes, et M. Mohammed Hjiaj, Professeur à l'INSA de Rennes, président du jury de soutenance.

Je tiens tout particulièrement à remercier M. Vincent Keryvin, Maître de Conférences à l'Université de Rennes 1, sans qui ce travail n'aurait pas été. Merci à lui pour m'avoir accompagné tout au long de cette thèse, d'avoir supporter la fréquence élevée de mes appels et mails, et surtout d'y avoir toujours répondu ! Quelques mots ne suffiront pas à lui exprimer mes remerciements.

Mes remerciements s'adressent également à Jean-Christophe Sangleboeuf, à M. Manuel Buisson, à Eric Robin... à l'ensemble des membres du LARMAUR de m'avoir rappelé qu'il existe autre chose que des simulations et montré l'importance des pauses café.

Je remercie Hui Ji (pour entre autres ses résultats expérimentaux), Ronan Tartivel (trois ans dans le même bureau), Yann Gueguen (passé d'étudiant à collègue), Hi-Fan Nui, Madina Tchikou, et tous les autres qui ont partagé leur bureau avec moi !

Merci à Eric, mon très attentionné mari !  
Et enfin merci à tous les autres, famille (pour leur aide orthographique), amis et à ceux que j'oublie.





# Table des matières

<b>Table des matières</b>	<b>1</b>
<b>Introduction</b>	<b>5</b>
<b>1 Le verre : un matériau fragile ?</b>	<b>9</b>
1.1 Le verre, ce matériau fragile . . . . .	10
1.1.1 Qu'est-ce qu'un verre ? . . . . .	10
1.1.2 Propriétés élastiques des verres . . . . .	11
1.1.3 Origines de la fragilité . . . . .	12
1.1.4 Spécificités des verres silicatés . . . . .	13
1.2 Des déformations permanentes dans le verre ? . . . . .	15
1.2.1 Mise en évidence historique . . . . .	15
1.2.2 Travaux expérimentaux réalisés au LARMAUR . . . . .	18
1.2.2.1 Essais de rayage . . . . .	18
1.2.2.2 Essais d'indentation . . . . .	18
1.2.2.3 Essais de compression hydrostatique . . . . .	23
1.2.3 Bilan des observations expérimentales . . . . .	25
1.3 Une première approche de l'indentation du verre . . . . .	26
1.3.1 Hypothèses de travail . . . . .	27
1.3.1.1 Contexte de la mécanique des milieux continus . . . . .	27
1.3.1.2 Plasticité par glissement et densification . . . . .	28
1.3.1.3 Hypothèses et démarches adoptées . . . . .	29
1.3.2 Estimation à partir de la solution de BOUSSINESQ . . . . .	31
1.3.3 Estimation à partir de la solution de HANSON . . . . .	33
1.3.4 Illustration du principe de SAINT VENANT . . . . .	36
1.3.5 Estimation à partir d'un résultat de simulation numérique . . . . .	38
1.3.5.1 Indentation conique . . . . .	39
1.3.5.2 Indentation tridimensionnelle VICKERS . . . . .	41
1.3.5.3 Couplage élasticité-densification . . . . .	44
1.3.6 Critique de la démarche . . . . .	45
1.3.6.1 Récapitulatif des résultats . . . . .	45
1.3.6.2 Critiques des résultats . . . . .	47



<b>2</b>	<b>Modélisation du comportement mécanique non linéaire du verre</b>	<b>49</b>
2.1	Choix des lois de comportement . . . . .	50
2.1.1	Cadre de la Mécanique des Milieux Continus . . . . .	50
2.1.2	Modélisations proposées dans la littérature . . . . .	52
2.1.3	Vers une modélisation des déformations irréversibles dans les verres d'oxydes . . . . .	55
2.1.3.1	Découplage cisaillement-pression . . . . .	55
2.1.3.2	Existence d'un « écrouissage » en pression . . . . .	56
2.1.4	Vers un modèle plus élaboré . . . . .	56
2.1.5	Couplage élasticité-densification . . . . .	57
2.2	Démarche d'implémentation des lois de comportement dans un code de calcul	58
2.2.1	Écriture des lois de comportement . . . . .	58
2.2.1.1	Cadre . . . . .	58
2.2.1.2	Variables thermodynamiques . . . . .	58
2.2.1.3	Énergie de déformation élastique . . . . .	59
2.2.1.4	Lois d'état . . . . .	59
2.2.1.5	Surface de charge . . . . .	59
2.2.1.6	Lois d'évolution . . . . .	59
2.2.2	Discrétisation temporelle des équations et validation de l'intégration locale . . . . .	60
2.2.2.1	Discrétisation temporelle des équations . . . . .	60
2.2.2.2	Validation de l'intégration locale . . . . .	62
2.2.3	Implémentation dans un code de calcul par éléments finis . . . . .	64
2.2.3.1	Démarche . . . . .	64
2.2.3.2	Validation de l'implémentation . . . . .	65
2.2.4	Simulation numérique des expériences sur le verre . . . . .	66
2.3	Calculs par éléments finis et résultats . . . . .	67
2.3.1	Compression hydrostatique : influence du couplage élasticité-densification . . . . .	67
2.3.2	Premières simulations . . . . .	69
2.3.2.1	Loi de comportement de type VON MISES . . . . .	69
2.3.2.2	Loi de densification avec écrouissage et saturation . . . . .	71
2.3.2.3	Loi de densification avec écrouissage et saturation, et cou- plage élasticité densification . . . . .	75
2.3.2.4	Prise en compte du cisaillement . . . . .	78
2.3.2.5	Résultats des indentations coniques . . . . .	86
2.3.3	Indentation tridimensionnelle VICKERS . . . . .	87
2.3.3.1	Présentation des calculs . . . . .	87
2.3.3.2	Résultats pour le verre de silice . . . . .	87
2.3.3.3	Indentation VICKERS du verre à vitre . . . . .	93
2.4	Remarques . . . . .	95
	<b>Conclusion</b>	<b>97</b>
	<b>Glossaire</b>	<b>101</b>
	<b>Annexe 1 : Choix des modèles de contact élastique</b>	<b>105</b>

<b>Annexe 2 : Comparaison entre les solutions analytiques et un calcul numérique par éléments finis pour un essai d'indentation</b>	<b>113</b>
<b>Annexe 3 : Écriture des différents modèles de comportement implémentés</b>	<b>129</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>142</b>
<b>Table des figures</b>	<b>143</b>



# Introduction

Le verre est omniprésent dans notre société et ses applications ne cessent de se développer. On le rencontre dans de nombreux domaines tels que la verrerie et la lunetterie, de façon classique, mais également dans le bâtiment (vitrage, plancher et isolation), l'électronique et les réseaux (sous forme de fibre), l'emballage, l'audiovisuel... Ce matériau très courant est un des plus anciens que l'homme sait fabriquer.

Si l'homme sait faire du verre depuis près de 5 500 ans, le verre existe de façon naturelle grâce entre autres au volcanisme, par exemple sous forme d'obsidienne, un verre noir très riche en silice. Le secret de fabrication du verre a été découvert par hasard, si l'on en croit Pline l'Ancien :

*« Des marchands phéniciens qui, faisant cuire leurs aliments sur les rives du fleuve Belus dans des marmites supportées par des blocs de natron, auraient vu couler une substance inconnue. »*

En effet, le sable de cette région est très riche en silice et la cendre du bois brûlé amène les fondants nécessaires à l'abaissement de la température de fusion du mélange. Mais ceci reste une légende, l'élaboration du verre nécessite une température d'environ 1 300°C. Toutefois, les objets manufacturés les plus anciens datent des égyptiens, dès 3 500 ans avant J-C. Il s'agit de perles bleues trouvées à proximité des tombes royales. On ne retrouve la trace du verre transparent qu'à partir du premier siècle après J-C. La transmission de ce savoir faire se fit progressivement par vagues d'invasions, des égyptiens aux grecs, puis aux romains dans les siècles qui suivirent avant de remonter à travers l'Europe, chaque peuple adaptant la recette suivant les éléments à sa disposition. Les techniques se développent : les premiers fours apparaissent vers 1 500 ans avant J-C, le verre soufflé au 1<sup>er</sup> siècle avant J-C, puis le verre soufflé plat au V<sup>e</sup> et au X<sup>e</sup> siècles. Le verre à vitre était déjà connu des romains, mais restera peu répandu dans l'architecture civile jusqu'au XV<sup>e</sup> siècle. Il faut attendre 1959, que Sir Alastair PILKINGTON mette au point le procédé « Float », procédé industriel de fabrication de verre plat, pour que l'utilisation du verre trouve sa cadence industrielle actuelle. Aujourd'hui, des verres issus de ce procédé sont largement utilisés, notamment dans le bâtiment et l'architecture, le vitrage, l'automobile et la miroiterie.

Le verre à vitre, un verre composé majoritairement de silice, est l'archétype des verres au sens large, au point d'être fréquemment appelé **le verre**. Son comportement mécanique est classiquement décrit par une extrême fragilité à température ambiante et par la capacité de mise en forme par déformation viscoplastique pour des températures modérément élevées. Pourtant, concernant sa fragilité, il semble tout de même que ce matériau puisse exhiber des déformations permanentes lorsqu'il est soumis à des sollicitations essentiellement compressives, générant un état mécanique homogène (compression hydrostatique) ou hétérogène (sollicitation de contact de type indentation ou rayage). Si la nature des déformations permanentes est connue en compression hydrostatique (on parle alors de

densification - augmentation de la masse volumique - et de diminution de volume), elle demeure essentiellement méconnue sous l'action de chargements superficiels : en particulier, l'existence de déformations permanentes de glissement (isochores) reste une question ouverte.

Le but de ce travail de thèse est l'étude des relations entre densification et indentation. Il s'inscrit dans une démarche plus globale menée depuis quelques années au laboratoire LARMAUR. Dans ce cadre, certaines études récentes ont permis de quantifier l'apparition, le développement et la saturation de la densification ainsi que le couplage entre élasticité et densification. De plus, la contribution de la densification à l'essai d'indentation a été quantifiée sur différentes familles de verres inorganiques. Cette base de données expérimentales, extrêmement riche, doit maintenant servir de socle à la modélisation et à la simulation numérique des essais mécaniques sur les verres.

Pour cela la démarche adoptée est la suivante :

- tout d'abord, nous utiliserons les solutions élastiques de l'essai d'indentation pour estimer *a posteriori*, *via* les caractéristiques du processus de densification identifiées par essais de compression hydrostatique, le champ de déformations permanentes. Nous le comparerons aux résultats expérimentaux sur deux verres : le verre de silice et le verre à vitre ;
- par la suite, nous construirons, dans le cadre de la mécanique non linéaire des matériaux, des modèles physiquement motivés par les résultats expérimentaux de compression hydrostatique. Ces modèles intégreront, pas à pas, les mécanismes de déformation permanente (densification et glissement), leurs moteurs (pression et cisaillement), leurs éventuels couplages et le couplage élasticité-densification.

L'intérêt d'étudier et de modéliser les déformations permanentes des verres est double et est étroitement lié à l'indentation de tels matériaux. D'un point de vue fondamental, il est nécessaire de pouvoir décrire et quantifier les mécanismes responsables du développement de déformations irréversibles. En effet, dans le cas d'agressions superficielles, les verres voient s'initier des défauts qui vont conduire à leur rupture par propagation de fissures. Une approche possible pour étudier l'initiation de ces défauts est d'estimer le champ de contraintes généré lors du contact mécanique. Pour ce faire, il est alors primordial de connaître le processus de déformation. Enfin, la transition vers la fissuration ainsi que la propagation des fissures nécessite de connaître le champ de contraintes résiduelles issu du processus de déformation.

D'autre part, la conception de verres à propriétés mécaniques spécifiques, capables de mieux résister à l'endommagement de surface, requiert des outils dédiés pour établir des relations entre structure du verre et propriétés. La simulation numérique des agressions mécaniques de contact et de leurs conséquences, *via* l'établissement de lois de comportement du verre, constitue un de ces outils.

D'un point de vue plus applicatif, le verre de silice est utilisé comme étalon de calibrage des machines de nano-indentation instrumentée. Ce type d'essai mécanique permet d'extraire rapidement certaines propriétés du matériau comme la dureté ou l'élasticité, et est actuellement couramment employé en science des matériaux et dans l'industrie. Le calibrage de cet essai permet, entre autres, de déterminer la souplesse du bâti pour obtenir la réponse du matériau à l'essai d'indentation. Le choix de la silice comme étalon de calibrage a plusieurs raisons. Tout d'abord, elle est homogène, même à petites échelles et son comportement élastique est linéaire isotrope. De plus, elle a tendance à s'affaisser sous

charge et cette caractéristique, recherchée dans le calibrage, est attribuée au processus de densification généré par les fortes pressions hydrostatiques régnant sous l'indenteur. Enfin, elle possède des propriétés élastiques constantes quelque soit la pénétration de l'indenteur. Comme nous le verrons dans ce mémoire, ce dernier point est fortement discutable car, par exemple, le module de compressibilité peut aller jusqu'à doubler lors de la densification. Une question sous-jacente est ainsi de discuter de la pertinence du choix de la silice comme étalon de calibrage de l'essai de nano-indentation instrumentée.

Enfin, ce mémoire aborde la question des origines de la formation d'une empreinte résiduelle, dénuée de fissures, par contact mécanique. Il se compose de deux chapitres :

- le premier chapitre contient deux parties :
  - la première présente une partie bibliographique sur les verres, leur comportement mécanique et, en particulier, leur densification. Elle introduit les définitions utilisées tout au long de ce manuscrit. Plus particulièrement, les travaux historiques qui ont mis au jour la densification ainsi que les travaux réalisés au sein du LARMAUR sont présentés et synthétisés en vue d'être utilisables pour une modélisation mécanique ;
  - la seconde partie constitue une première modélisation de la contribution du processus de densification à l'essai d'indentation sur les verres. Les volumes densifiés sont estimés à partir des solutions élastiques de l'indentation pour plusieurs cas : un contact ponctuel, un contact sphère/plan ou pour une indentation conique. S'ajoutent à ces estimations, obtenues par calcul formel, des simulations numériques par éléments finis, en élasticité, pour des indenteurs coniques, sphériques et VICKERS. Finalement, tous ces résultats sont confrontés à ceux issus de l'expérience.
- le second chapitre de ce manuscrit effectue une modélisation du comportement mécanique du verre, par le biais de la mécanique non linéaire des matériaux, dans le but de quantifier le rôle des différents mécanismes de déformation et surtout de leurs couplages. Après avoir effectué une étude bibliographique de la façon dont le comportement mécanique du verre est habituellement modélisé, nous développerons des modèles de comportement simples non couplés (densification pure, glissement pur). Ils constitueront autant de briques élémentaires pour proposer des modèles plus élaborés et couplés. Les simulations numériques par éléments finis, basés sur ces modèles, seront alors comparées à nouveau aux résultats expérimentaux de compression hydrostatique et d'indentation.



# Chapitre 1

## Le verre : un matériau fragile ?

Dans ce chapitre, nous apportons les éléments nécessaires à la compréhension globale de ce manuscrit. Une première partie introduit les données essentielles concernant les verres et plus particulièrement les verres d'oxydes. Leur structure, les aspects thermodynamiques de l'état vitreux et leur comportement mécanique fragile y sont abordés.

Dans la seconde partie, les verres d'oxydes sont présentés sous un angle différent au travers d'une introduction sur les déformations permanentes qu'ils présentent dans certains états de contraintes. Ces déformations permanentes engendrent des changements de volume à l'inverse des matériaux cristallins dont la plasticité est isochore, on dit que ces verres se déforment par densification.

Nous effectuons un rappel historique des expériences de compression et d'indentation présentes dans la littérature ou réalisées au LARMAUR ayant mis en évidence ce phénomène. Une dernière partie propose une réflexion sur la modélisation de la densification par une approche simplifiée. Nous y utilisons des solutions analytiques formelles du contact élastique et des simulations numériques par la méthode des éléments finis. Les résultats obtenus sont comparés à ceux expérimentaux obtenus en indentation et en compression.



## 1.1 Le verre, ce matériau fragile

Cette partie synthétise les propriétés et les particularités qui font du verre ce matériau connu de tous. Nous y abordons la structure du verre, ses propriétés élastiques et sa fragilité.

### 1.1.1 Qu'est-ce qu'un verre ?

Il est difficile de définir le verre car il est difficile de trouver des éléments caractéristiques dans sa structure et son comportement. Dans ce qui suit, nous adoptons la définition proposée par ZARZYCKI [1982] qui le décrit comme un solide non cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse.

#### Un matériau amorphe

Indépendamment de leur composition, les verres possèdent des structures qui se particularisent par leur désordre. Ils sont dits amorphes par opposition aux matériaux cristallins dont les métaux d'usage courant sont un bon exemple. Un matériau cristallin possède une structure ordonnée qui s'appuie sur l'empilement organisé en trois dimensions d'un motif élémentaire appelé maille. La structure d'un matériau amorphe peut posséder une maille élémentaire<sup>1</sup> mais pas d'organisation tridimensionnelle forte entre chacune de ces mailles. On caractérise une structure amorphe par son absence d'ordre à longue distance. Notons cependant que tous les matériaux amorphes ne sont pas des verres, on peut citer le cas des gels qui ne sont pas considérés comme des verres bien que solides et amorphes.

#### La transition vitreuse

La transition vitreuse est un phénomène thermodynamique qui peut être mis en exergue lors du refroidissement (ou du chauffage) d'un corps au voisinage inférieur de sa température de fusion (voir la figure 1.1). On peut remarquer que lors du refroidissement lent d'un liquide vitrifiable jusqu'à sa température de fusion notée  $T_f$ , celui-ci se solidifie. La solidification a lieu à température constante dans le cas d'un corps pur ou d'un mélange eutectique comme c'est le cas sur la figure proposée. Dans le cas contraire, il se fait à température variable mais cela n'invalide pas les observations relatées ici. Au cours de la solidification, le volume spécifique (ou tout autre grandeur thermodynamique du système comme l'enthalpie) évolue fortement traduisant le passage de l'état liquide à celui du solide cristallin plus organisé et plus dense. La cristallisation implique des réarrangements locaux au sein du liquide, elle a donc une cinétique donnée. Un refroidissement suffisamment rapide permet d'empêcher la cristallisation. Dans ce cas, on conserve la structure du liquide qualifié de surfondu jusqu'à une température  $T_g$  de transition vitreuse. Durant ce refroidissement, le liquide est hors équilibre thermodynamique. À la transition vitreuse, la viscosité du liquide est tellement élevée que l'on obtient un matériau solide amorphe possédant une structure proche de celle du liquide. Un solide vitreux est ainsi moins dense que son homologue cristallisé : son volume spécifique est plus élevé. Cet état est dit métastable.

---

1. C'est le cas du verre de silice  $\text{SiO}_2$  qui forme des tétraèdres centrés sur les atomes de silicium reliés entre eux par les atomes d'oxygène.

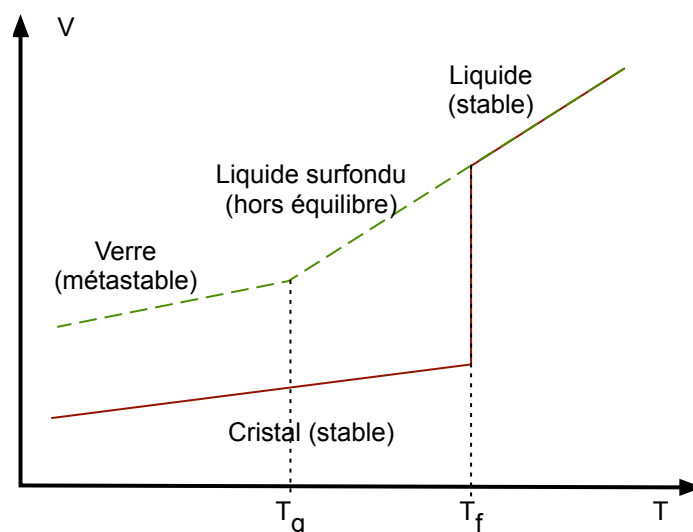


FIGURE 1.1 : Mise en évidence du phénomène de transition vitreuse. On représente l'évolution du volume spécifique  $V$  en fonction de la température  $T$  lors de la solidification d'un liquide (corps pur ou mélange eutectique) vitrifiable.

### 1.1.2 Propriétés élastiques des verres

Ayant décrit la structure générale d'un verre, il faut maintenant parler de ces propriétés mécaniques, sachant qu'il n'existe pas un verre mais qu'au contraire, ce mot couvre une large gamme de matériaux et de propriétés.

En effet, il existe de nombreux verres, naturels ou artificiels, organiques (polymères vitreux) ou inorganiques, que l'on distingue en premier lieu par leur composition chimique. Pour les verres inorganiques, on peut citer notamment [ZARZYCKI, 1982] les verres de chalcogénures, les verres oxyazotés, les verres oxycarbonés, les verres métalliques, les verres de silice.... Nous nous intéresserons plus particulièrement à ces derniers verres par la suite.

Le verre ou plutôt les verres, sont décrits comme des matériaux élastiques<sup>2</sup> isotropes, caractérisés soit par le couple module d'YOUNG, noté  $E$  et coefficient de POISSON, noté  $\nu$  [POISSON, 1838; NAVIER, 1864], soit par le couple module de cisaillement,  $\mu$ , et module de compressibilité,  $K$ . La pluralité des compositions des verres inorganiques couvre une large gamme de propriétés :

- le module d'YOUNG va de 20 GPa pour les verres de chalcogénures jusqu'à 180 GPa pour les oxyazotes, valeur comparable à celle d'un acier inoxydable ;
- le coefficient de POISSON prend des valeurs comprises entre 0,11 pour le verre SiOC et 0,4 pour PdCuNi, soit quasiment l'ensemble de la gamme courante pour ce coefficient.

Au vu de ces propriétés, le verre recoupe entre autre le domaine des bétons et des métaux. Il peut ou pourrait se substituer à ceux-ci pour certaines applications, en se souvenant toutefois que le verre reste fragile, notion développée au §1.1.3, ce qui restreint son domaine d'application.

Le module d'YOUNG est la propriété mécanique la mieux connue pour ces matériaux, avec la température de transition vitreuse,  $T_g$  (une caractéristique). Il s'exprime en pascal, soit en  $J.m^{-3}$  : il s'agit d'un terme d'énergie volumique moyenne.  $T_g$  est reliée à la densité volumique de liaisons atomiques. Elle augmente, par exemple, quand la proportion de liaisons

2. L'élasticité correspond à des déformations réversibles : si le matériau se déforme sous une charge, il revient dans sa configuration initiale quand la charge disparaît.

faibles diminue au profil de liaisons plus fortes, avec l'ordre classique entre les énergies de liaison, classées par ordre croissant : VAN DER WAALS, métallique, ionique, covalente.

Le coefficient de POISSON correspond lui à la résistance relative du matériau à un changement de volume par rapport à un changement de forme. Il est plus riche d'information que  $E$  sur le réseau vitreux et sur la compacité, mais est peu connu et difficilement mesurable avec précision.

Pour conclure cette partie, il est à noter qu'il n'y a de pas dépendance directe entre  $E$  et  $T_g$ , comme le montre la figure 1.2 : pour une même  $T_g$ , il existe plusieurs verres avec différents  $E$  [ROUXEL, 2007].

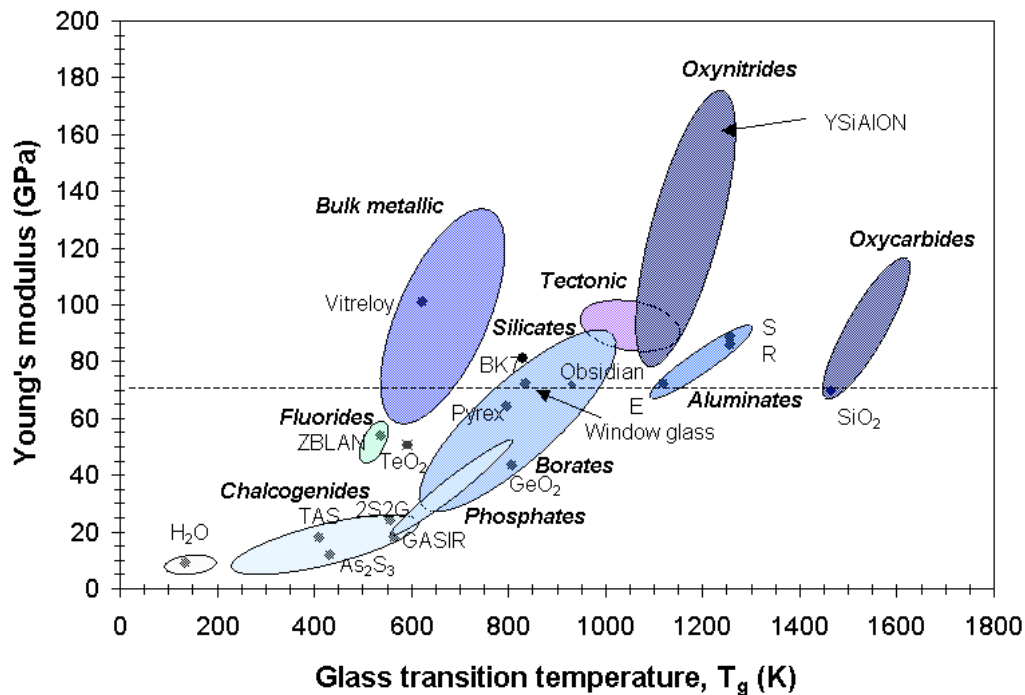


FIGURE 1.2 : Module d'YOUNG à 293 K (sauf pour la glace amorphe pour laquelle il est mesuré à 77 K) par rapport à  $T_g$  pour différents verres inorganiques [ROUXEL, 2007]. Les verres commerciaux sont représentés par leur appellation standard - Illustration de la non unicité du lien module d'YOUNG -  $T_g$  avec un module de 70 GPa qui intersecte les domaines vitreux de verre avec des  $T_g$  très différentes.

### 1.1.3 Origines de la fragilité

Enfin, la fragilité du verre étant sa propriété la plus connue, il convient d'apporter quelques précisions sur ce type de comportement.

D'un point de vue macroscopique, la fragilité se définit comme une rupture brutale sans déformations permanentes préalables. Lors d'essais mécaniques conventionnels (tels les essais de compression, de traction ou de flexion), ce type de comportement fournit une borne inférieure du niveau de contrainte nécessaire à la rupture. Si les verres silicatés se rompent pour une contrainte comprise entre 50 et 150 MPa [ROUXEL et SANGLEBŒUF, 2000], les verres métalliques à base Zr requièrent eux environ 2 GPa [KERYVIN *et al.*, 2008].

La fragilité macroscopique est ainsi contraire au comportement de la plupart des métaux cristallins à température ambiante. Dans ce cas, la rupture est précédée du développement de déformations permanentes dites plastiques (autour de 40 %). Ces déformations résultent d'un mécanisme dissipatif efficace lié à la micro-structure des matériaux. Elles permettent

ainsi d'arrondir les pointes de fissures, par exemple et de prévenir une rupture brutale. Pour ces matériaux, on a une ductilité (déformation plastique en traction) qui permet de les mettre en forme à température ambiante. Pourtant, les niveaux de contrainte requis peuvent être plus faibles que pour les verres métalliques dits fragiles.

L'adjectif fragile associé aux matériaux comme les céramiques et les verres provient également du caractère non déterminisme de leur réponse. C'est-à-dire que l'on a une dispersion statistique des niveaux de contrainte à rupture. Cette statistique de la rupture a amené GRIFFITH, dans les années 1920, à supposer que la surface des verres silicatés contient des défauts dont l'acuité gouverne la contrainte à rupture. Ces micro-fissures superficielles, mais également micro-porosités et micro-cristallisations, gouvernent la fragilité de ces matériaux et leur contrainte à rupture. Leur origine se trouve dans le processus de synthèse ou dans la manipulation des objets verriers. De ce fait la ténacité, soit la capacité du matériau à résister à la fissuration, est comprise entre 0,6 et 1 MPa $\sqrt{\text{m}}$  pour un verre contre de 50 à 150 MPa $\sqrt{\text{m}}$  pour les métaux usuels.

Il est ainsi difficile d'estimer la véritable contrainte à rupture des verres étant donné qu'elle est fonction de la population de défauts superficiels. Par précaution, les normes utilisées en construction et en architecture préconisent une valeur maximale de contrainte de 45 MPa. Des procédés permettent de générer des contraintes de compression en surface, par exemple pour refermer les micro-fissures éventuelles, et ainsi d'augmenter la contrainte à rupture [SCHOLZE, 1991; MAMMÉRI, 2003; TARTIVEL *et al.*, 2007; MELLOTT *et al.*, 2006]. Un verre à vitre trempé thermiquement rompt entre 150 et 250 MPa, et un verre à vitre où l'on a échangé des ions Na<sup>+</sup> du verre par des ions K<sup>+</sup> plus grands, rompt entre 450 et 750 MPa.

De plus, la contrainte à rupture de fibres de silice peut atteindre 10 GPa à température ambiante [KURKJIAN *et al.*, 2003]. Ceci est possible si les fibres ne subissent pas de manipulation pendant la synthèse et pendant l'essai mécanique, ce qui réduit l'intensité de la population de défauts superficiels. Cela nécessite également de ne pas être dans un milieu corrosif où l'eau peut réduire la contrainte à rupture (corrosion sous contrainte). Pour un verre silicaté, comme le verre E, contenant 54 % de SiO<sub>2</sub>, des valeurs de 3,5 GPa ont été obtenues sous air [KURKJIAN *et al.*, 2003].

Ainsi, la véritable limite à rupture du verre demeure une inconnue, mais nous pouvons la sous-estimer, pour la silice, en la prenant à 10 GPa.

#### 1.1.4 Spécificités des verres silicatés

Cette étude est focalisée sur l'étude de deux verres d'oxydes : le verre de silice et le verre à vitre, un verre silicaté. Il convient donc de mettre en avant les particularités de ce type de verre du point de vue de la structure et du comportement.

La silice vitreuse, de composition chimique SiO<sub>2</sub>, a une maille tétraédrique formée des 4 anions O<sup>-2</sup> et d'un cation Si<sup>4+</sup>. Ce verre se constitue d'un réseau amorphe de tels tétraèdres sans que les angles ou la longueur des liaisons entre les mailles ne soient conservés (cf. figure 1.3 (a)). Il n'y a donc pas d'ordre à longue distance, soit à plus de quelques nanomètres. Cette absence d'ordre fait qu'aucun plan privilégié n'existe *a priori* pour accommoder les déformations par mouvement des dislocations (défauts du cristal).

Le cas du verre à vitre est un peu différent. La composition chimique est plus complexe : 72,6-SiO<sub>2</sub> 9,8-Na<sub>2</sub>O 6-CaO 2,9-MgO 2,4-BaO 2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Le réseau de silice s'en trouve modifié par l'ajout d'ions alcalins et alcalino-terreux.

L'ajout d'ions alcalins (Na<sup>+</sup> par exemple) dans le réseau crée une liaison ionique entre un oxygène pontant (un oxygène qui relie deux atomes de silicium) et l'alcalin. Cet oxygène

devient alors non-pontant et on parle d'ion modificateur de réseau (cf. figure 1.3 (b)). La modification de la structure du réseau change certaines propriétés élastiques macroscopiques comme par exemple le coefficient de POISSON qui passe de 0,22 dans le cas du verre de silice, 100 % de  $\text{SiO}_2$ , à 0,17 dans le cas du verre à vitre, 72,6 % de  $\text{SiO}_2$ . D'après les modèles statistiques décrivant le verre, les modificateurs occupent les espaces libres du réseau vitreux. L'ajout d'ions alcalino-terreux ( $\text{Ca}^{2+}$  par exemple) modifie moins le réseau mais crée tout de même des oxygènes non-pontants.

Certains oxydes, comme  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dans notre cas, peuvent être des modificateurs de réseau ou suivant le cas, former seul un verre par refroidissement (être formateur de réseau). On parle alors d'oxydes intermédiaires.

Les différents cations qui coexistent dans le verre ne sont pas liés par des liaisons covalentes aux tétraèdres de silice : ils peuvent donc se déplacer au sein de la matrice vitreuse. Ces cations sont présumés se regrouper pour former des « canaux » ou « chemins » appelés chemins de percolation, bornés par les atomes d'oxygènes non-pontants en simple coordination. Ces canaux seraient alors les lieux privilégiés des déformations permanentes [GREAVES et SEN, 2007]. Ce modèle, appelé MRN pour Modified Random Network ou réseau aléatoire modifié, est illustré sur la figure 1.3 (c). L'existence et l'importance de ces régions dépendent de la concentration des modificateurs de réseau.

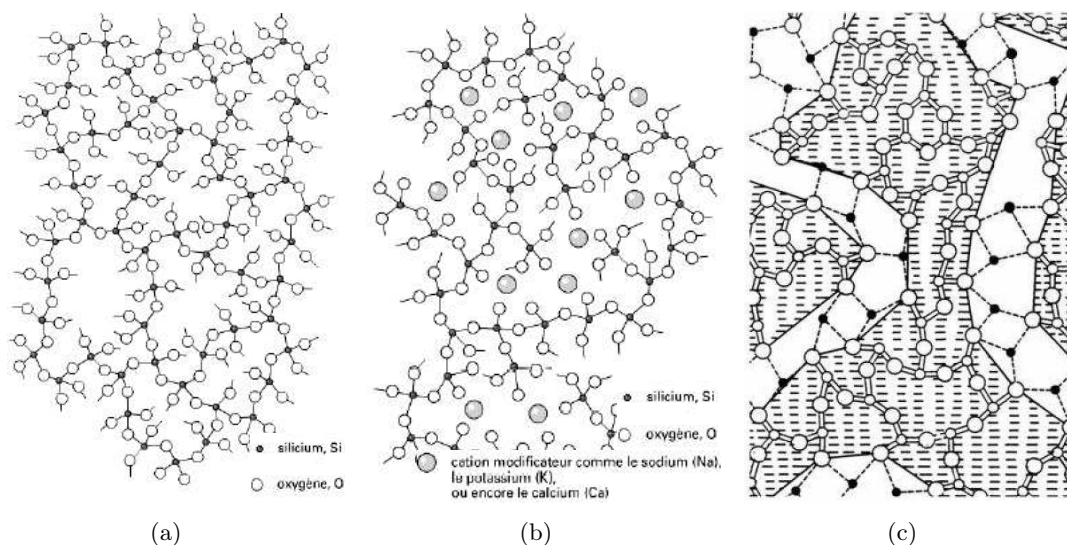


FIGURE 1.3 : Modèle du réseau aléatoire du verre de silice [GREAVES et SEN, 2007]. (a) Réseau aléatoire tridimensionnel du verre de silice. Les atomes de silice sont les petits cercles noirs, les atomes d'oxygène sont les grands cercles vides. (b) Réseau aléatoire modifié par des ions alcalins et alcalino-terreux. Les ions modificateurs sont les grands cercles vides pleins. (c) Réseau aléatoire modifié (MNR) avec chenaux de percolation et canaux ioniques. Les atomes de silice sont les petits cercles, les atomes d'oxygène sont les grands cercles, les petits cercles pleins représentent les modificateurs alcalins (sodium) ou alcalino-terreux (calcium).

## 1.2 Des déformations permanentes dans le verre ?

Dans cette partie, une facette moins connue du verre est développée, celle d'un matériau qui présente des déformations permanentes, en dessous de  $T_g$ . Ces déformations permanentes s'accompagnent d'un changement de volume. Elles ne seront pas qualifiées de plastiques, nous réservons ce termes au déformations permanentes à volume constant, résultant du cisaillement. Ayant été mises en évidence par des mesures de densité [BRIDGMAN et ŠIMON, 1953], on préférera parler de « densification ».

Cette partie résume les données disponibles sur la densification, dans la bibliographie en premier lieu puis grâce à des essais menés au LARMAUR. Enfin, tous les résultats et mesures de densification sont résumés.

### 1.2.1 Mise en évidence historique

#### Essais de compression hydrostatique

Les premières expériences mettant en évidence la présence de déformations irréversibles dans certains verres datent de 1953. Dans leurs travaux, BRIDGMAN et ŠIMON [1953] montrent que la densité de la silice amorphe augmente de 7,5 % sous un chargement compressif de 20 GPa et que l'ajout d'ions modificateurs dans la composition du verre, tels que  $\text{Na}^+$  diminue cette tendance. L'expérience utilisée est une modification de l'essai de compression uniaxial, sur des disques fins de 0,2 mm d'épaisseur. Le chargement obtenu n'est pas purement hydrostatique, ce qui induit une part non négligeable de cisaillement. Cette expérience présente deux défauts importants :

- L'hétérogénéité des contraintes mise en évidence par CHRISTIANSEN *et al* [1962]. Cette hétérogénéité engendre une différence de densification entre les bords à 17,5 % et le centre à 7,5 % des échantillons [BRIDGMAN et ŠIMON, 1953].
- La présence de cisaillement conduit à la fracturation systématique des échantillons.

Ce n'est qu'en 1961 que le cisaillement, et son possible rôle, est pris en compte dans les travaux de COHEN ET ROY [1962a]. Le dispositif utilisé est le même que celui utilisé par BRIDGMAN ET ŠIMON mais ici il l'est sur des poudres de 40-80  $\mu\text{m}$ . COHEN ET ROY observent un seuil de densification pour la silice aux environs de 2 GPa, contre 10 GPa pour BRIDGMAN ET ŠIMON et globalement une densification plus importante. Dans un commentaire aux travaux de COHEN ET ROY, WEIR ET SPINNER [1962] suggèrent que l'utilisation de poudres génère plus de cisaillement et donc que les échantillons densifieraient plus. En retour, COHEN ET ROY [1962b] indiquent que si le cisaillement peut jouer un rôle sur la cinétique de la densification, il ne doit pas influencer sur les niveaux finaux. Pourtant CHRISTIANSEN *et al* [1962], en utilisant une expérience de compression uniaxiale avec disques de confinement durs (alumine) ou mous (chlorure d'argent), suggèrent que le cisaillement pourrait tout de même influencer sur les résultats finaux : les disques d'alumine génèrent plus de cisaillement que ceux en chlorure d'argent où la pression moyenne est plus uniforme. Avec la comparaison de ces trois publications [BRIDGMAN et ŠIMON, 1953; COHEN et ROY, 1962a; CHRISTIANSEN *et al.*, 1962] (voir figure 1.4) et par ses propres expériences (équipement "belt" avec alumine ou, à nouveau, chlorure d'argent), MACKENZIE [1963a] établit le cisaillement comme étant un facteur moteur de la densification.

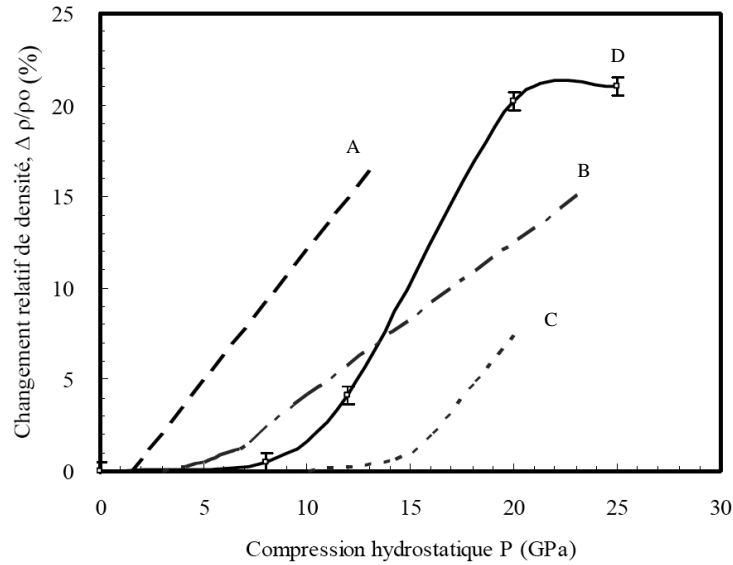


FIGURE 1.4 : Évolution du taux de densification sur le verre de silice en fonction de la pression appliquée (température ambiante) : A (COHEN ET ROY [1962a]) sur des poudres, B (CHRISTIANSEN *et al* [1962]) sur des disques fins, C (BRIDGMAN ET SIMON [1953]), également sur des disques fins et D (Ji [2007]) sur échantillons massifs.

Les expériences avec des disques de confinement en chlorure d'argent, qualifiées par MACKENZIE de plus proches de conditions hydrostatiques, laissent les échantillons entiers et peu fissurés, celles avec l'alumine au contraire provoquent la rupture des échantillons. Il attribue cette différence de comportement au cisaillement et s'en sert pour expliquer les différences avec les travaux antérieurs (cf. figure 1.4). Les origines structurales de ce phénomène de densification font encore aujourd'hui l'objet de recherches actives [HEMLEY *et al.*, 1986; TSE *et al.*, 1992; ROUXEL *et al.*, 2008a].

Cependant, il semble que la faible compacité de la silice et la flexibilité de la liaison Si-O-Si, entre tétraèdres SiO<sub>4</sub>, permettent cette transformation. On observe une diminution de cet angle lors de la densification, voire une augmentation de coordinence moyenne des atomes de silicium, Si, avec les atomes d'oxygène, O, comme suggérée par des simulations de dynamique moléculaire [DELLA VALLE et VENUTI, 1996].

### Lien entre densification et indentation

Le lien entre densification et origine d'une empreinte, lors de l'indentation d'un verre, est proposé, sur la silice, par NEELY ET MACKENZIE [1968] ainsi que par ERNSBERGER [1968]. De plus, PETER [1970] indique que ce phénomène est également présent pour des verres silicatés, même si l'ajout d'ions modificateurs réduit l'ampleur du phénomène par rapport à la silice pure et induit un écoulement plastique. En effet, il observe des bourrelets, caractéristiques d'une déformation permanente à volume constant, et des lignes de glissement dont la géométrie est proche des modèles de plasticité classiques. Cette plasticité, comme suggérée par l'auteur, est sujette à controverse du fait de l'absence de dislocations dans les verres d'autant plus qu'il reste un doute sur la nature des lignes qui pourraient être des fissures. Cependant, il indique qu'un possible écoulement par fluage non-Newtonien pourrait en être l'origine. Ce mécanisme de cisaillement pourrait, en outre, être rapproché de la théorie des chenaux de percolation de GREAVES [2007] où la mobilité d'ions modificateurs comme Na<sup>+</sup> permettrait le glissement localisé (cf. §1.1.4).

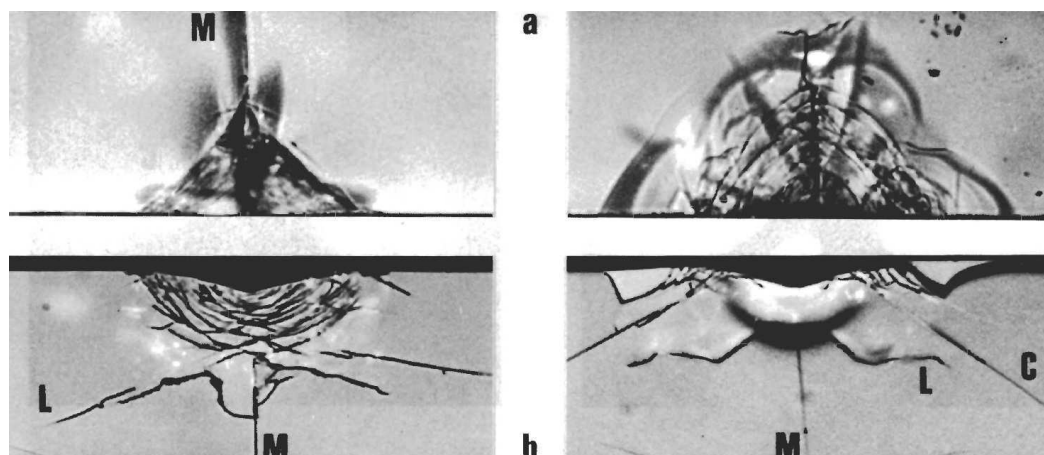


FIGURE 1.5 : Micrographies optiques d'indentations VICKERS (30 N) sur des verres silico-sodo-calciques (gauche) et des verres de silice (droite) : (a) surface libre, (b) vue de profil. Les fissures sont désignées par M (médiane), L (latérale) et C (cône de HERTZ). D'après [ARORA *et al.*, 1979].

La capacité d'un verre d'oxydes à se déformer par densification, au moins partiellement, se reflète dans les figures de fissuration observées sur les sites d'indentation de ces matériaux par indentation VICKERS [HAGAN, 1980; ARORA *et al.*, 1979]. Un verre de silice développera une fissuration « en cône de HERTZ », en sus des fissures médianes et quelquefois latérales, on parle de comportement « anormal ». L'ajout d'ions modificateurs fait s'atténuer voire disparaître ces cônes pour ne plus montrer que des fissures médianes et latérales. La figure 1.5 illustre de telles différences sur et sous la surface de verres de silice et silico-sodo-calciques. Pour le premier, la zone sous l'indenteur est constituée de micro-fissures de cisaillement alors que, pour le second, elle n'est pas fissurée et change d'indice optique (zone de densification)<sup>3</sup>. De plus, seul le verre de silice présente des cônes de HERTZ.

3. Le lien entre densification et indice de réfraction a été établi par COHEN ET ROY [1962b].



## 1.2.2 Travaux expérimentaux réalisés au LARMAUR

Les mesures de densification donnant des résultats différents suivant les auteurs, un certain nombre d'essais a été réalisé au sein du LARMAUR pour mettre en évidence et quantifier ce phénomène. Les essais et les résultats obtenus sont exposés dans cette partie.

### 1.2.2.1 Essais de rayage



FIGURE 1.6 : Déformations permanentes lors d'un essai de rayage sur un verre à vitre recuit avec une charge croissante de 3 N sur 3 mm, [LE HOUÉROU *et al.*, 2003].

Les essais de rayage constituent un moyen simple de mettre en évidence la présence de déformations permanentes dans les verres. La figure 1.6 présente un exemple de rayure réalisée sur un verre à vitre avec un indenteur en diamant. On y met en évidence une première zone dite micro ductile car elle ne présente pas de fissuration mais un mode de déformation d'aspect ductile. L'échelle de l'essai (qui peut être caractérisé par la pénétration du poinçon) indique que la fissuration ne se développe qu'au delà d'une valeur critique. La modélisation mécanique des essais de rayure est cependant complexe, il est donc pertinent d'étudier ces déformations irréversibles au travers d'essais d'indentation mieux connus.

### 1.2.2.2 Essais d'indentation

#### Contexte

L'essai d'indentation met en jeu deux solides : un indenteur dont la géométrie et les propriétés sont choisies, et un échantillon possédant une surface plane et dont on souhaite étudier les propriétés mécaniques. Il consiste à mesurer l'enfoncement  $h$  en fonction de la charge appliquée  $F$ . Il est dit instrumenté quand ces deux variables sont enregistrées en temps réel durant l'essai. L'enfoncement dépendant du matériau de l'indenteur et de l'échantillon, on choisit un indenteur le plus rigide possible et restant élastique pendant l'essai, pour en minimiser la contribution. Généralement le saphir ou le diamant sont utilisés ; dans notre étude, nous avons pris un indenteur en diamant, de type VICKERS. Il s'agit d'une pyramide à base carrée avec un angle entre les faces opposées de  $136^\circ$  et de  $148^\circ$  entre les arêtes. L'instrumentation de l'essai donne accès à l'évolution de la profondeur de pénétration en fonction de la charge appliquée représentée sous la forme d'une courbe force-déplacement ou charge-décharge, illustrée sur la figure 1.7. Durant la phase de charge,  $F$  augmente jusqu'à  $F_{max}$  et  $h$  jusqu'à  $h_{max}$ . Durant la décharge, la charge diminue et s'annule quand les deux solides se séparent, en  $h = h_f$ . Cette courbe peut être exploitée de diverses manières pour obtenir des informations sur le comportement mécanique du matériau indenté. Nous l'utilisons pour valider des lois de comportement en cherchant les lois de comportement qui fournissent des courbes comparables à celles obtenues expérimentalement.

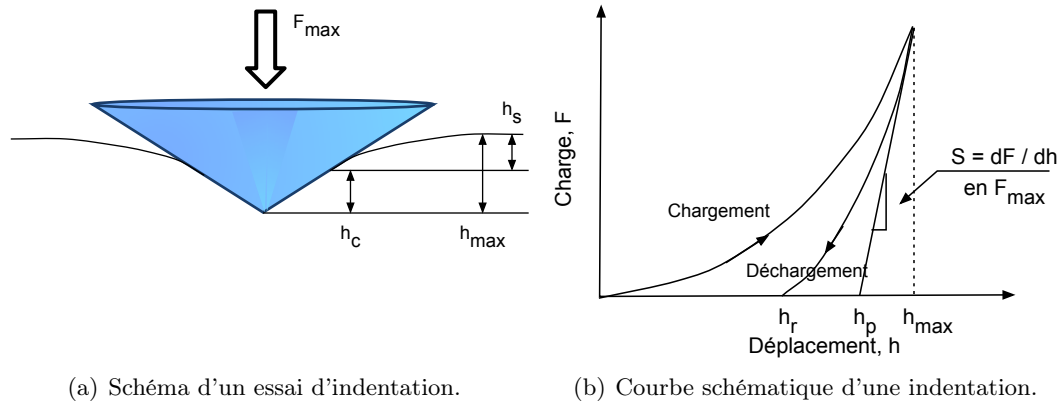


FIGURE 1.7 : Schématisation d'un essai d'indentation et de son enregistrement.

L'empreinte résiduelle est aussi riche en information. Elle permet de connaître la dureté du matériau et renseigne sur le comportement global du matériau. On remarque deux morphologies d'empreinte, après retrait de l'indenteur, comme le montre la figure 1.8 :

- avec un bourrelet,  $h_c > h$ , résultant du glissement plastique,
- avec un enfoncement,  $h_c < h$ .

La morphologie des empreintes est étudiée pour mesurer les volumes déformés, comme cela est expliqué ci-après.

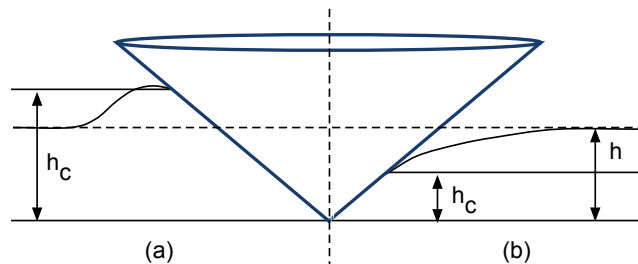


FIGURE 1.8 : Schématisation de la topologie de l'empreinte résiduelle.

Lors d'une indentation, une zone confinée où règnent de très fortes pressions est créée sous l'indenteur et plus particulièrement lors d'une indentation pointue. Ces pressions sont de l'ordre de la pression moyenne de contact. Des pressions de 1 à 10 GPa sont ainsi atteintes pour les matériaux les plus courants. Sous de telles pressions il a été observé que les verres densifient (voir le paragraphe 1.2.2.3). Une corrélation densification-indentation est de ce fait possible.

### Volumes densifiés

Les essais d'indentation réalisés au LARMAUR utilisent une méthode initiée par S. YOSHIDA *et al* [2005]. Elle consiste à mesurer les volumes au-dessus (bourrelets),  $V^+$ , et au-dessous de la surface libre,  $V^-$ , (cf. figure 1.9) par microscopie à force atomique (AFM) utilisée du fait des faibles dimensions des empreintes, avant et après un recuit de 2 heures à  $0,9 T_g$ . L'indice  $i$  est utilisé pour les volumes avant recuit, l'indice  $r$  pour ceux après recuit. La différence donne le volume recouvert,  $V_R$  grâce au recuit, que l'on adimensionnalise par le volume  $V_i^-$ . On note  $V_R$  la contribution de la densification au volume de l'empreinte et  $V_d$  le volume densifié, ils s'expriment par :

$$V_R = \frac{(V_i^- - V_r^-) + (V_r^+ - V_i^+)}{V_i^-} = \frac{(V_d)}{V_i^-} \quad (1.1)$$

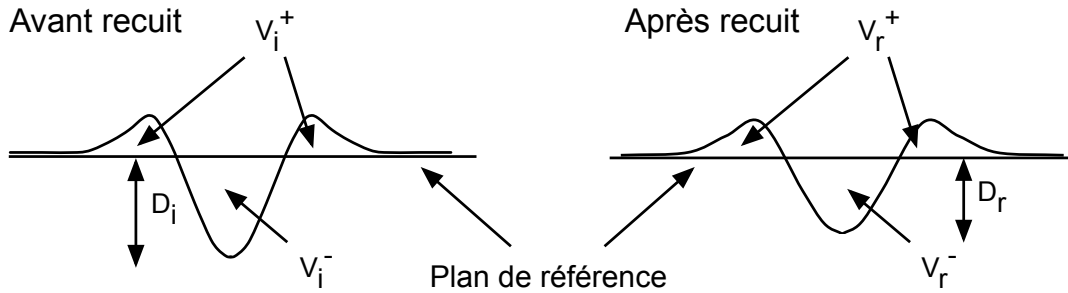


FIGURE 1.9 : Détermination des volumes caractéristiques d'une indentation VICKERS, avant et après recuit ; d'après [YOSHIDA *et al.*, 2005].

L'hypothèse de YOSHIDA *et al* [2005], basée sur les travaux initiaux de MACKENZIE [1963b], est que les volumes densifiés sont recouverts lors du recuit. Ces travaux s'appuient également sur des résultats de spectroscopie de diffusion RAMAN obtenus sur différents échantillons :

- sur un échantillon avant densification pour avoir un spectre de référence.
- sur un échantillon densifié où l'on observe un décalage de la bande dite  $D_2$  vers de plus hautes fréquences.
- sur un échantillon densifié après un recuit de deux heures à  $0,9 T_g$  où l'on retrouve le spectre de référence.

Les résultats quantitatifs sur les volumes densifiés ( $V_d$ ) indiquent alors que la densification représente 85 % du volume d'une empreinte ( $V_R$ ) pour la silice et 65 % pour le verre à vitre.

### Cartographie de la densification sous l'empreinte

Enfin, une cartographie tridimensionnelle des zones densifiées sous l'empreinte VICKERS a été effectuée par micro-spectroscopie de diffusion RAMAN, en utilisant la procédure suivante :

1. Relier la fréquence de la bande dite  $D_2$  relevée par diffusion RAMAN et la pression appliquée sur les échantillons massifs densifiés par compression hydrostatique.
2. Dédire de la relation fréquence de la bande  $D_2$  – pression via la relation densification – pression appliquée (cf. figure 1.4 et §1.2.2.3).
3. Transformer la cartographie des fréquences obtenue par micro-RAMAN en une cartographie en fonction du niveau de densification.

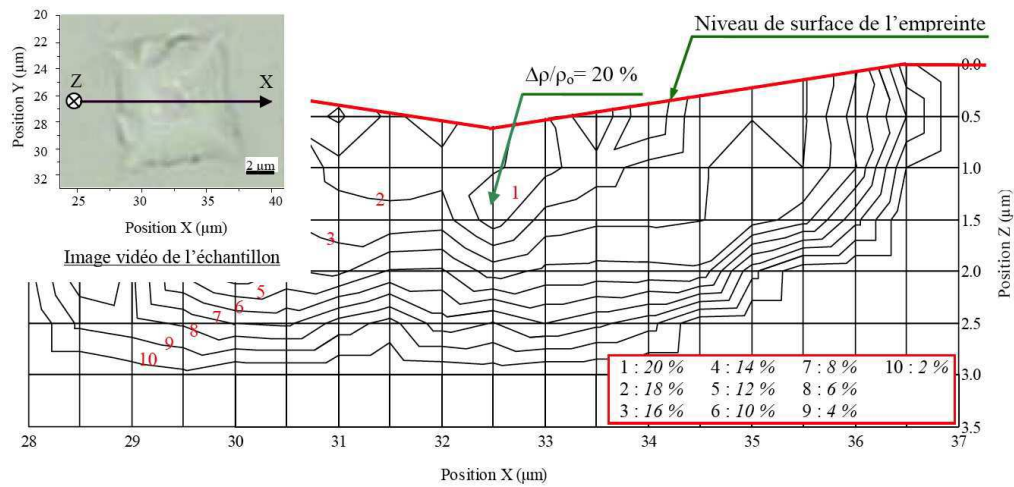


FIGURE 1.10 : Carte d'iso-densification (calée sur la bande  $D_2$ ) dans la zone indentée d'un verre de silice (charge de 500 mN), suivant le profil indiqué par l'image optique, d'après [J1, 2007].

Nous observons sur la figure 1.10 que la zone densifiée est sensiblement hémisphérique, qu'elle a environ 2  $\mu\text{m}$  de profondeur et que le lieu de densification maximale est au centre de l'indentation et sous la pointe de l'indenteur.

Terminons ce paragraphe en mentionnant le rôle majeur que semble jouer le coefficient de POISSON sur les propriétés des verres. En effet, ROUXEL [2007] montre que la valeur de  $\nu$  est fortement liée à l'ordre à moyenne distance<sup>4</sup> des verres inorganiques. De plus, YOSHIDA *et al* [2005] avaient également relevé que les volumes recouverts, après un recuit sur une indentation VICKERS, étaient d'autant plus grands que  $\nu$  était faible. Enfin, le niveau maximal de densification semble également suivre cette tendance [ROUXEL *et al.*, 2008a].

4. Dans les verres, l'ordre à courte distance correspond à l'échelle atomique, de l'ordre de l'ångström, l'ordre à longue distance correspond au réseau cristallin et l'ordre à moyenne distance correspond à une certaine topologie sur quelques distances inter-atomiques (structure en anneaux pour la silice, en chaîne pour le verre de sélénium ou en feuillet pour  $\text{GeSe}_4$ )

### Spécificité du comportement à l'indentation des verres

Avant de finir cette partie sur l'indentation du verre, rappelons qu'il s'agit d'un matériau fragile. Lors d'un essai d'indentation, on peut observer l'apparition de fissures autour des empreintes. Les charges sont choisies de façon à limiter les fissures. Malheureusement sur le verre de silice, il semble que même à de faibles charges l'échantillon fissure, comme illustré sur la figure 1.11. Ce n'est pas le cas pour le verre à vitre, comme le montrent les images de la figure 1.12 qui ne présentent pas de fissures à faible charge.

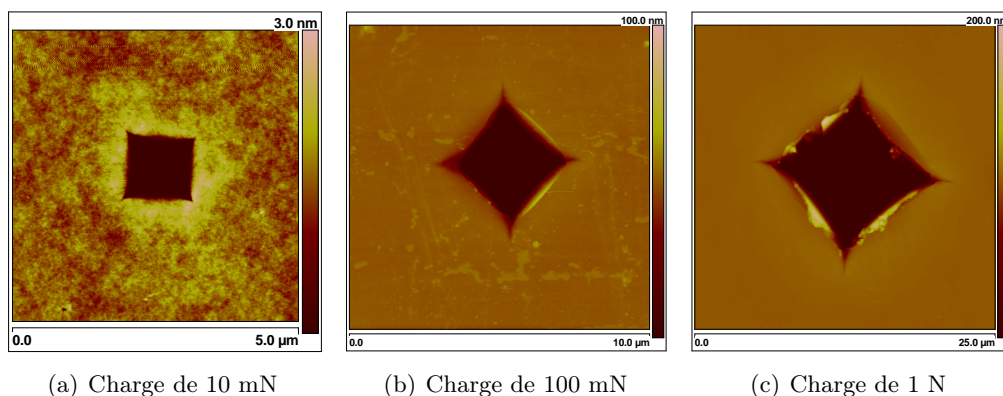


FIGURE 1.11 : Essais d'indentation VICKERS sur du verre de silice pour plusieurs charges, d'après (a) [NIU, 2009], (b) et (c) [YOSHIDA *et al.*, 2005].

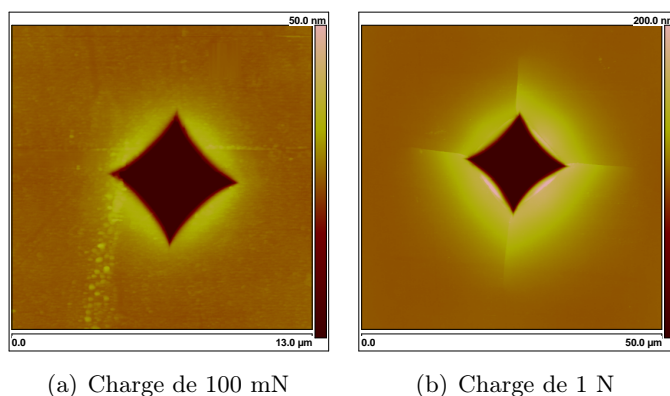


FIGURE 1.12 : Essais d'indentation VICKERS sur du verre à vitre pour plusieurs charges, d'après [YOSHIDA *et al.*, 2005].

Pour le verre de silice, on constate que pour une charge de 10 mN, il existe déjà une fissure entourant l'empreinte. Pour une charge de 100 mN, ce n'est plus une mais de nombreuses fissures que l'on observe. Lors du processus de déformation, une partie de l'énergie est donc dissipée par fissuration et les observations effectuées par spectroscopie RAMAN (figure 1.10) ont été réalisées sur ces échantillons fissurés.

Une empreinte minimale est nécessaire pour pouvoir remonter à la répartition de densité du matériau, la résolution minimum du RAMAN étant de  $1 \mu m^3$ . Une plus faible charge, soit une empreinte plus petite, ne peut donc pas être analysée ainsi.

Il faut aussi rappeler que la machine d'indentation du LARMAUR est un micro-indenteur et non pas un nano-indenteur. Une profondeur minimale de 200 nm est nécessaire pour que les mesures fournies soient fiables.

Cependant, les données expérimentales, si elles sont à comparer à des simulations numériques ne tenant pas compte d’une éventuelle fissuration, ne doivent pas présenter de fissures. Cela correspond à des indentations à faible charge.

L’essai d’indentation est la base et la référence de ce travail. Les résultats obtenus ici sont ceux que nous cherchons à comprendre et à retrouver. Toutefois, lors de cet essai, les contraintes de cisaillement et de pression sont très élevées et déclenchent l’apparition de mécanismes de glissement plastique et/ou de densification. Il apparaît donc intéressant de travailler avec un seul de ces phénomènes pour en connaître le rôle. Le cisaillement générant la fissuration des échantillons de verre, des essais de compression hydrostatique ont été réalisés. Bien que lourds et complexes à mettre en œuvre, ces essais offrent des résultats et des mesures de densification servant de socle fiable et d’outil de comparaison à l’étude de la densification des verres lors d’une indentation.

### 1.2.2.3 Essais de compression hydrostatique

Dans le cadre de la thèse de H. JI [2007], des essais de compression hydrostatique furent réalisés, en collaboration avec T. HAMMOUDA (Lab. Magmas et Volcans, Université de Clermont-Ferrand), sur des échantillons de verre de silice et de verre à vitre. Les résultats sont obtenus pour une large de gamme de pression, allant de 0,5 jusqu’à 25 GPa<sup>5</sup>. Ils sont de plus « propres », et ce, à deux titres :

- l’appareillage utilisé (module de WALKER multi-enclumes) permet de ne générer que très peu de cisaillement parasite ;
- les échantillons sont sous forme massive et non de poudres ou de disques fins.

Dans les deux cas, le cisaillement n’est que peu présent et n’aura donc pas d’effet notable sur le comportement irréversible. Pour preuve, dans leur grande majorité, les échantillons sont, après décompression, entiers et non fissurés, au contraire des études présentées au paragraphe 1.2.1.

La densité des échantillons est alors mesurée par une méthode de flottaison développée au LARMAUR, comme illustré par la figure 1.13 (a), ainsi que, pour vérification, par des mesures de masse et de géométrie, vues les grandes dimensions des éprouvettes. Pour les deux verres, dont les résultats sont illustrés par la figure 1.4 et 1.13 (b), on observe l’existence d’un seuil de densification vers 8 GPa ainsi qu’un seuil de saturation vers 20 GPa. Plus précisément, il a été trouvé que :

- le verre de silice passe d’une densité de 2,19 à une densité finale de 2,661 g.cm<sup>-3</sup>, soit un niveau maximum de densification de 21 % [ROUXEL *et al.*, 2008b].
- le verre à vitre passe d’une densité de 2,48 à une densité finale de 2,672 g.cm<sup>-3</sup>, soit un niveau maximum de densification de 6,3 % [JI *et al.*, 2006].

---

5. A notre connaissance, le verre à vitre ou les verres silico-sodo-calciques en général, n’avaient pas été étudiés pour de si fortes pressions.

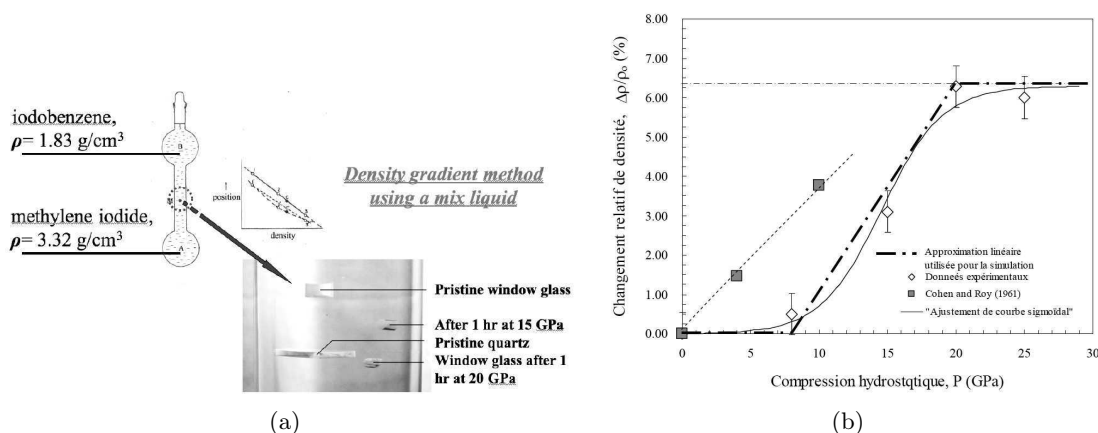


FIGURE 1.13 : (a) Méthode de flottaison pour mesure de densité (d'après [ROUXEL *et al.*, 2008b]) et (b) Changements permanents de masse volumique en fonction de la pression appliquée pour le verre à vitre et comparaison avec les résultats de COHEN et ROY [1962a], d'après [JI *et al.*, 2006].

Le seuil de densification, pour le verre à vitre, est supérieur à celui trouvé par COHEN ET ROY [1962a] sur des poudres. Pour le verre de silice, il est supérieur à celui trouvé par CHRISTIANSEN *et al* [1962]. Cet écart est certainement dû à la plus grande homogénéité des échantillons dans notre cas, générée par le module de WALKER. Cette homogénéité a été confirmée par des mesures de diffusion BRILLOUIN [ROUXEL *et al.*, 2009]. En fait, l'existence même de cette saturation n'avait pas été révélée par les premières études des années 1960 mais a été confirmée par GRIMSDITCH par des mesures de diffusion BRILLOUIN [PRICE *et al.*, 1984].

Les échantillons densifiés sont alors soumis à une analyse structurale par spectroscopie de diffusion RAMAN. Cette étude, effectuée en collaboration avec A. MORÉAC (IPR, Université de Rennes 1), a permis d'associer le processus de densification de ces verres à une diminution significative de l'angle inter-tétraédral Si-O-Si (pour la silice), à des changements des distances interatomiques et à une augmentation de la coordination atomique moyenne [ROUXEL *et al.*, 2008a; JI, 2007].

Les propriétés élastiques des échantillons densifiés ont été mesurées grâce à la masse volumique (méthode de flottaison) et à la connaissance des vitesses des ondes ultrasonores. Ces dernières ont été déterminées par microscopie acoustique<sup>6</sup> et diffusion BRILLOUIN, dans le cadre d'une collaboration avec F. AUGEREAU (LAIN, Université de Montpellier II) [ROUXEL *et al.*, 2009].

La figure 1.14 montre une spectaculaire augmentation du module d'YOUNG,  $E$ , (46%) et du coefficient de POISSON,  $\nu$ , (56%) avec la densification, pour le verre de silice. Ces modifications ont également été observées sur le module réduit par indentation. Pour le verre à vitre, cette augmentation est minime (pour  $E$ ) voire inexistante (pour  $\nu$ ). Cette évolution apparaît de façon plus significative en regardant l'évolution de  $K$  et de  $\mu$ .

6. Méthode de mesure de la célérité des ondes de surface, dites de RAYLEIGH. Elle sert pour des échantillons trop fins pour déterminer la célérité des ondes transversales par échographie ultrasonore ou par diffusion BRILLOUIN.

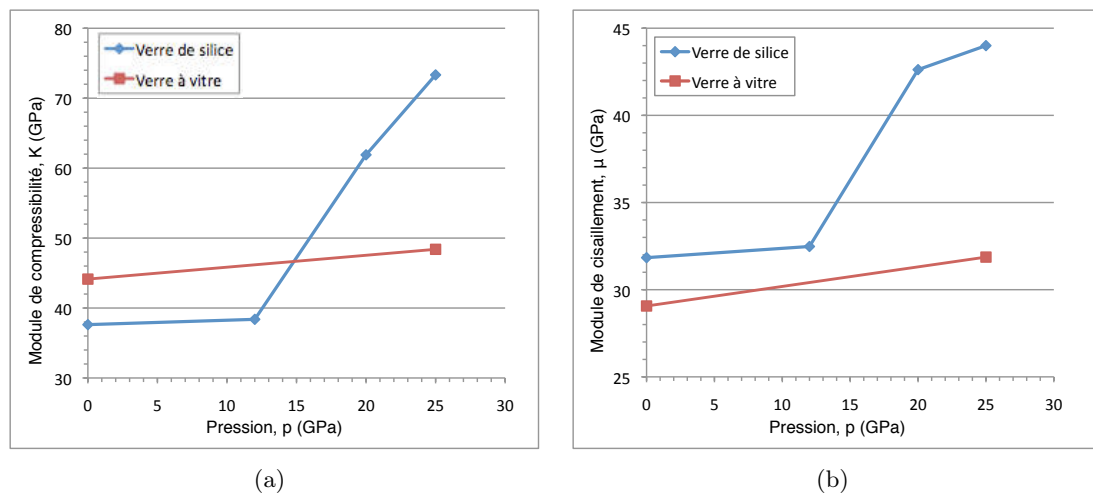


FIGURE 1.14 : Évolution des propriétés élastiques avec le niveau de pression appliquée, pour le verre à vitre et pour le verre de silice d'après [Ji, 2007].

### 1.2.3 Bilan des observations expérimentales

Le but de ce paragraphe est de résumer brièvement les résultats dont nous allons nous servir par la suite.

La capacité du verre à se déformer de façon permanente, sous de fortes pressions a pu être quantifiée par des essais de compression hydrostatique. Ces essais, réalisés sur des échantillons massifs, ont montré que la variation relative de volume ou de densité, appelée « densification », débute à une pression seuil de 8 GPa pour le verre de silice et le verre à vitre. Ils ont de plus mis au jour pour la première fois l'existence d'un seuil à partir duquel la densification sature. Cette saturation est atteinte pour une pression de 20 GPa pour les deux verres étudiés. Le changement relatif de densité maximal est de 21 % pour le verre de silice et de 6,3 % pour le verre à vitre.

Une des raisons de cette diminution de taux maximum de densification semble venir de l'ajout d'ions modificateurs dans le réseau Si-O. Cet ajout semble diminuer la faculté du verre à densifier. De plus le coefficient de POISSON apparaît comme un bon indicateur de cette faculté : plus il est faible, plus le verre pourra densifier [Ji, 2007].

Des essais d'indentation ont été réalisés pour estimer la part que représente cette déformation dans le volume de l'empreinte générée lors d'une indentation VICKERS : ce volume densifié représente 85 % du volume d'une empreinte dans le cas du verre de silice et 65 % de celle-ci dans le cas du verre à vitre.



Les essais de compression hydrostatique ont mis au jour une évolution des propriétés élastiques des verres suivant la pression appliquée. Ces évolutions de  $E$  et de  $\nu$  ont un comportement similaire à celui de la densité : elles s'initient à partir d'une pression seuil et saturent après un autre seuil, seuils proches ceux de l'évolution de densité. La variation de propriétés élastiques semble dépendre de la capacité du verre à se densifier. En effet, on remarque que pour le verre de silice, le module d'YOUNG passe de 74 GPa à 109 GPa et le coefficient de POISSON de 0,16 à 0,25 pour une pression de 25 GPa. Pour le verre à vitre, les variations sont moindres : le module d'YOUNG passe de 72 GPa à 78 GPa pour une même pression et le coefficient de POISSON ne varie pas de façon significative. Ces résultats indiquent qu'un verre densifié devient moins compressible élastiquement dans le régime de densification que dans le régime élastique initial.

### 1.3 Une première approche de l'indentation du verre

Le but de cette partie est d'estimer, avec des outils analytiques et numériques, la taille de la zone densifiée et les volumes densifiés pour différents verres, modélisés comme des matériaux élastiques linéaires isotropes.

Des solutions mathématiques ont été développées à partir de la fin du XIX<sup>e</sup> siècle pour modéliser le contact élastique entre deux solides. Ces solutions vont du contact ponctuel (BOUSSINESQ [1885]) à une indentation axisymétrique conique<sup>7</sup>. Ces différents modèles sont utilisés pour obtenir des informations sur la densification par indentation.

En plus des résultats des calculs formels, des simulations numériques par calculs éléments finis complètent cette étude dans le domaine élastique. Des simulations correspondant aux différents modèles bi-dimensionnels sont effectuées afin de comparer les deux types de résultats. La simulation numérique nous permet d'aller plus loin, en regardant ce qui se passe en trois dimensions avec la simulation d'une indentation VICKERS. Cet essai, plus complexe à simuler du fait de sa géométrie est celui réalisé expérimentalement. Les résultats que nous obtenons alors devraient être les plus proches de ceux obtenus précédemment.

---

7. Les équations utilisées dans ce manuscrit sont issues de [JOHNSON, 1999; HANSON, 1992; SNEDDON, 1951; FISCHER-CRIPPS, 2007]

### 1.3.1 Hypothèses de travail

#### 1.3.1.1 Contexte de la mécanique des milieux continus

Tous les matériaux ne réagissant pas de la même façon à un chargement, il faut pouvoir prédire quand le comportement n'est plus élastique (notion de seuil) et comment les déformations permanentes se développent (notion d'écoulement). Pour cela, on définit un critère de limite d'élasticité, comme par exemple celui de VON MISES, couramment utilisé pour les métaux, ainsi qu'une direction d'écoulement ou direction du taux de déformation plastique, notée  $\dot{\underline{\varepsilon}}_p$ .

Dans le cadre de la Mécanique de Milieux Continus (MMC), le tenseur des contraintes  $\underline{\sigma}$  se décompose en la somme d'une partie sphérique,  $-p\underline{\underline{1}}$  avec  $\underline{\underline{1}}$  le tenseur identité et d'une partie déviatorique  $\underline{s}$ . Le déviateur des contraintes est construit de sorte que sa trace soit nulle, soit  $\text{tr}(\underline{s}) = 0$ .

$$\underline{\sigma} = -p\underline{\underline{1}} + \underline{s} \quad (1.2)$$

La partie sphérique est liée à la pression ou à la contrainte moyenne,  $\sigma_m$  :

$$p = -\frac{1}{3}\text{tr}(\underline{\sigma}) = -\sigma_m \quad (1.3)$$

La contrainte de cisaillement équivalente au sens de VON MISES  $\tau_{eq}$  est définie à partir de ce tenseur par

$$\tau_{eq} = \sqrt{J_2^s} \quad (1.4)$$

$$\text{où } J_2^s = \frac{1}{2}\text{tr}(\underline{s} \cdot \underline{s})$$

Une fois la surface de charge choisie, la direction d'écoulement  $\dot{\underline{\varepsilon}}_p$  peut se décomposer suivant deux termes comme illustré sur la figure 1.15 (en confondant les axes de  $\underline{\sigma}$  et de  $\dot{\underline{\varepsilon}}_p$ ). La partie plastique de la déformation s'écrit comme la somme de deux termes :

$$\dot{\underline{\varepsilon}}_p = \dot{\underline{\varepsilon}}_p^{\underline{\underline{1}}} + \dot{\underline{\gamma}}_p \quad (1.5)$$

- $\dot{\underline{\gamma}}_p$ , le tenseur de glissement plastique où  $\text{tr}(\dot{\underline{\gamma}}_p) = 0$ , appelé aussi déformation isochore,
- $\dot{\underline{\varepsilon}}_p^{\underline{\underline{1}}}$ , terme de changement de volume appelé dilatation plastique quand il est positif, densification ou compaction quand il est négatif s'écrit  $\dot{\underline{\varepsilon}}_p^{\underline{\underline{1}}} = \frac{1}{3}\text{tr}(\dot{\underline{\varepsilon}}_p)\underline{\underline{1}}$ .

La fonction de charge  $f$  permet de décrire la frontière du domaine d'élasticité qui ne peut être dépassée, dans le cadre de la « plasticité indépendante du temps ». On est soit dans le domaine d'élasticité soit sur sa frontière quand  $f = 0$ , appelée surface de charge.

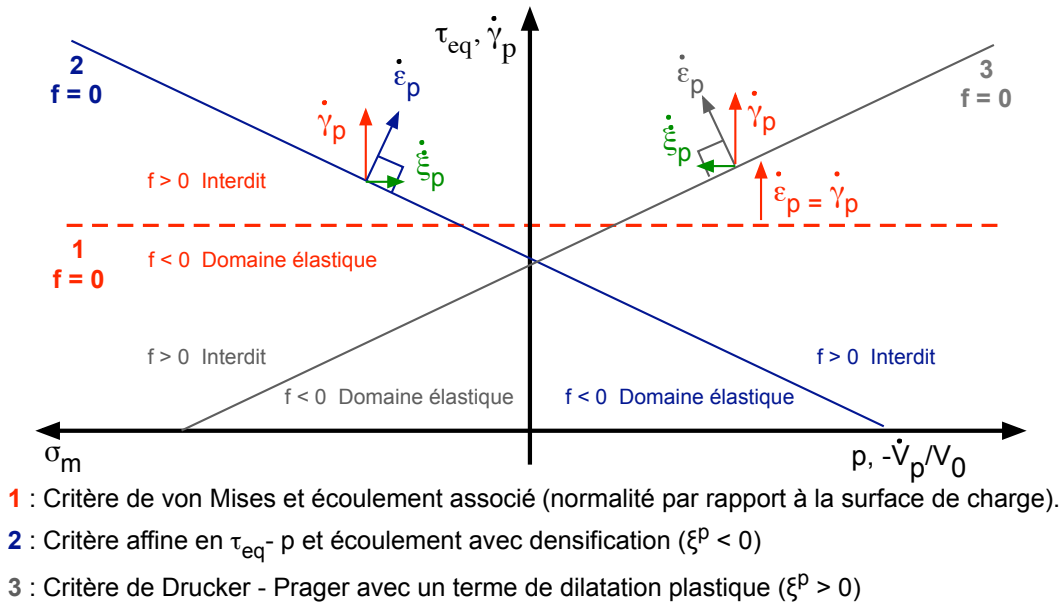


FIGURE 1.15 : Schéma explicatif illustrant différents types de critères de limite d'élasticité avec leurs directions d'écoulement associées, dans le plan  $\tau_{eq} - p$ .

### 1.3.1.2 Plasticité par glissement et densification

Dans cette partie, nous allons distinguer deux types de déformations permanentes :

- L'écoulement de glissement correspond à la **plasticité**. Il s'agit d'une déformation irréversible à volume constant générée par glissement des dislocations dans le cas des métaux, où elle est limitée par la limite à rupture du matériau. Cette déformation a pour moteur le cisaillement.
- La **dilatation** et la **densification**, suivant les cas, correspondent à une déformation irréversible avec changement de volume : augmentation dans le cas de la dilatation, diminution dans le cas de la densification. Dans le cas de la densification, la déformation à laquelle nous nous intéressons plus spécifiquement, il s'agit d'un phénomène confiné, avec la pression comme moteur. En théorie, la pression pourrait augmenter indéfiniment sans fissuration, mais la déformation reste limitée par la compacité atomique.

Par la suite, le terme de « densification » ne sera utilisé que pour décrire un changement permanent de volume  $\frac{\Delta V^p}{V_0}$  ou de masse volumique  $\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}$ . L'équation de conservation de la masse relie la variation relative de volume à celle de masse volumique. Pour de faibles variations ces grandeurs sont quasiment identiques d'après cette équation :

$$\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0} = -\frac{\frac{\Delta V^p}{V_0}}{1 - \frac{\Delta V^p}{V_0}} \quad (1.6)$$

Lors d'une sollicitation mécanique, la surface de charge peut être modifiée, ce phénomène est appelé de façon générale **écrouissage**. L'écrouissage peut aller en augmentant la limite d'élasticité, on parlera alors de durcissement. C'est le cas des métaux et de loin le plus courant. Ce comportement est illustré sur la figure 1.16 (a). Il peut aussi diminuer la limite d'élasticité et dans ce cas on parlera d'adoucissement. Dans le cas des métaux, l'écrouissage, qui correspond au blocage des dislocations, est limité par la limite à la rupture du matériau.

Dans le cas des verres d'oxydes et de la densification, la fin de l'écroutissage n'entraîne pas la rupture du matériau : il sature puis le comportement redevient élastique (voir figure 1.16 (b)). Ce comportement fait partie intrinsèquement du phénomène d'élasticité-densification, comme on le verra dans la partie 2.1.3.2.

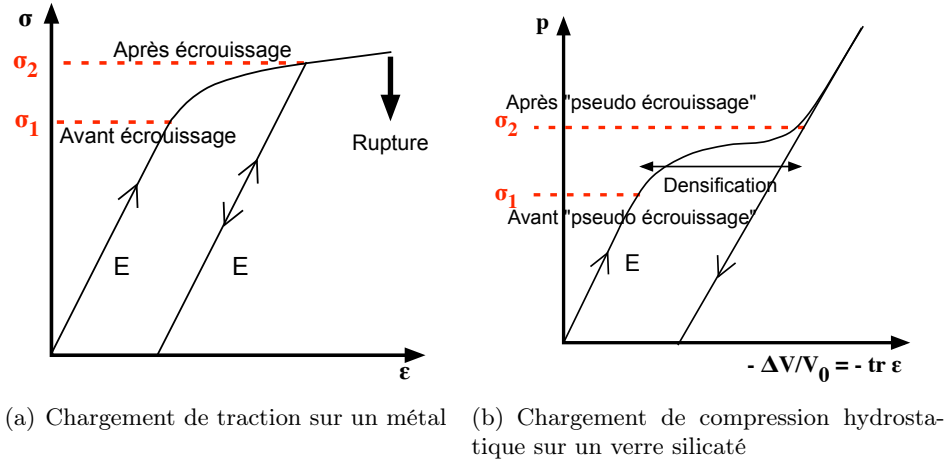


FIGURE 1.16 : Exemple d'écroutissage dans le cas de deux comportements, en traction sur un métal (a), en compression hydrostatique sur un verre - cf. partie 2.1.3.2 (b), avec pilotage en force imposée.

### 1.3.1.3 Hypothèses et démarches adoptées

Des données expérimentales, décrites dans la partie 1.2.2, nous donnent accès à des mesures de densification pour le verre à vitre et le verre de silice. Les données résumées dans le tableau 1.1, dont nous allons nous servir, sont la pression où la densification débute, celle où elle sature, la variation maximale de la densité suivant la pression.

Au vu des résultats et pour simplifier le problème, une fonction affine, continue par morceaux, est choisie pour lier volume et pression (figure 1.17). On note  $P_0$  la pression seuil,  $P_1$  celle de saturation. Le changement relatif irréversible de densité en % se note  $\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0} = \beta$ , celui de volume  $\frac{\Delta V^p}{V_0} = -\gamma$ . Le changement relatif de volume en fonction de la pression s'exprime alors par :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\Delta V^p}{V_0} = 0 & \text{si } p < P_0 \\ \frac{\Delta V^p}{V_0} = \frac{P_0 - p}{P_1 - P_0} \gamma & \text{si } P_1 > p > P_0 \\ \frac{\Delta V^p}{V_0} = -\gamma & \text{si } p > P_1 \end{array} \right. \quad (1.7)$$

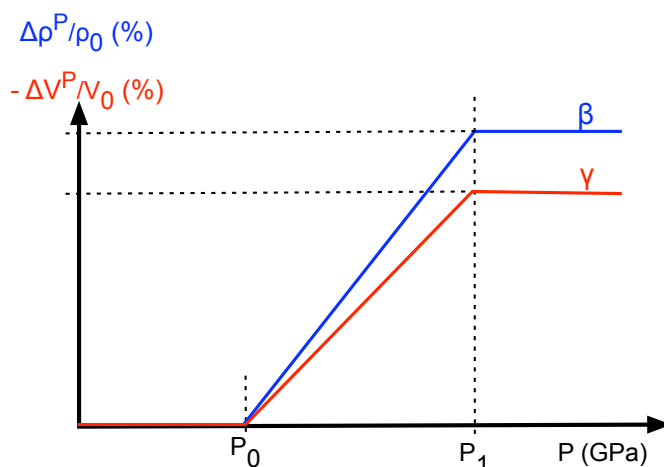


FIGURE 1.17 : Loi d'évolution choisie pour décrire les changements relatifs de volume et de densité en fonction de la pression.

Nom du verre et sa composition	$P_0$ (GPa)	$P_1$ (GPa)	Augmentation de densité maximale $\beta$ (%)	Diminution de volume maximale $\gamma$ (%)	Module d'YOUNG (GPa)	Coefficient de POISSON
Verre de silice [100 SiO <sub>2</sub> ] $T_g$ (K) : 1 373	8	20	21	17,4	74,5	0,17
Verre à vitre [72,6-SiO <sub>2</sub> 9,8-Na <sub>2</sub> O 6-CaO 4,3-K <sub>2</sub> O 2,9-MgO 2,4-BaO 2-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ] $T_g$ (K) : 773	8	20	6,3	5,9	71,5	0,23

TABLE 1.1 : Caractéristiques initiales des verres indentés [J1, 2007].

La démarche utilisée pour estimer la zone densifiée dans la cas d'un matériau purement élastique est la suivante :

1. Calcul de la répartition de pression au sein d'un matériau élastique pour une charge de 500 mN. En effet, pour cette charge, on n'observe pas de fissuration superficielle des échantillons et elle permet d'observer des déformations irréversibles, en tout cas pour le verre à vitre.
2. Cartographie de la zone densifiée, similaire à celles obtenues au paragraphe 1.2.2.2 à l'aide du modèle densification-pression qui permet d'associer à chaque valeur de pression un taux de densification.
3. Intégration numérique de la zone densifiée de façon à en connaître le volume.  
Sous MATHEMATICA<sup>®</sup>, il faut intégrer  $\Delta V^P/V_0$ , en prenant soin d'exprimer l'élément de volume  $dv$  correspondant à chaque modèle.

Cette démarche est la même pour les deux types de calculs utilisés (calculs formels et calculs par éléments finis). En effet, afin de pouvoir confronter plusieurs résultats, deux outils et quatre types d'indentation ou de contact sont étudiés, en allant d'un modèle simple vers des modèles et modélisations plus complexes.

La première partie, de calcul formel, se base sur les modèles mathématiques développés pour décrire le contact entre deux solides élastiques, écrits ici sous MATHEMATICA<sup>©</sup>. Les modèles<sup>8</sup> utilisés sont :

- le contact normal ponctuel avec la solution de BOUSSINESQ [1885], les équations utilisées sont tirées de [JOHNSON, 1999] ;
- l'indentation conique avec la solution de HANSON [1992] ;
- le contact sphère - plan avec la solution de HERTZ [HUBER, 1904], pour une indentation sphérique (voir Annexe 1 pour les équations et Annexe 2 pour les calculs de volumes densifiés), les équations utilisées sont tirées de [FISCHER-CRIPPS, 2007] ;

La deuxième partie utilise un logiciel de calcul par éléments finis, CAST3M (<http://www-cast3m.cea.fr>). Des simulations bi et tridimensionnelles sont utilisées pour faire le lien entre les modèles formels et les résultats expérimentaux comprenant les indentations de type conique et VICKERS.

### 1.3.2 Estimation à partir de la solution de BOUSSINESQ

En 1885, BOUSSINESQ [1885] a le premier apporté une solution formelle au problème du contact ponctuel normal schématisé figure 1.18. Cette résolution s'appuie la théorie des potentiels. Les équations dont nous nous servons sont issues de [JOHNSON, 1999].

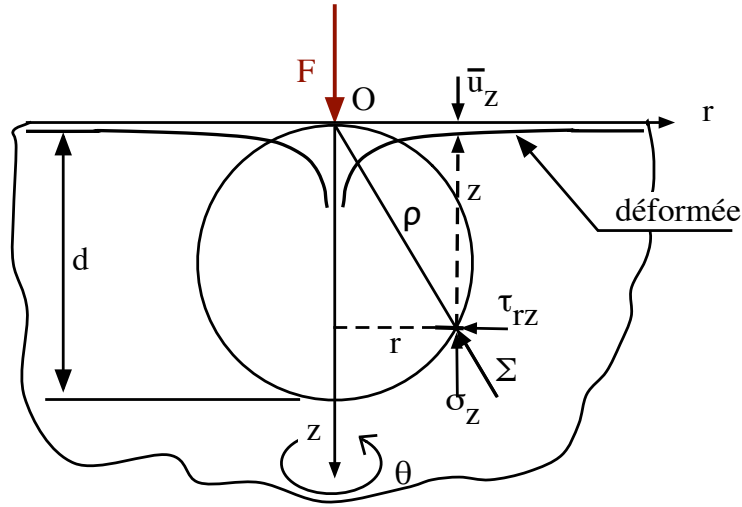


FIGURE 1.18 : Problème de BOUSSINESQ : Schéma - Définition des notations.

Une charge normale,  $F$ , est appliquée à l'origine du repère. JOHNSON [1999] donne l'expression du champ de contrainte dans un repère cylindrique  $(r, \theta, z)$ . Les contraintes s'écrivent, en notant  $\rho = \sqrt{r^2 + z^2}$  :

$$\begin{aligned}
 \sigma_{rr} &= \frac{F}{2\pi} \left\{ (1 - 2\nu) \left( \frac{1}{r^2} - \frac{z}{\rho r^2} \right) - \frac{3zr^2}{\rho^5} \right\} \\
 \sigma_{\theta\theta} &= -\frac{F}{2\pi} (1 - 2\nu) \left( \frac{1}{r^2} - \frac{z}{\rho r^2} - \frac{z}{\rho^3} \right) \\
 \sigma_{zz} &= -\frac{3F}{2\pi} \frac{z^3}{\rho^5} \\
 \tau_{rz} &= -\frac{3F}{2\pi} \frac{rz^2}{\rho^5}
 \end{aligned} \tag{1.8}$$

8. On suppose dans ces modèles l'indenteur rigide.

Dans ce cas, la pression a une forme simple :

$$p = -\frac{F}{3\pi} \frac{(1+\nu)z}{\rho^3} \quad (1.9)$$

Avec le modèle d'évolution de densité choisi (équations 1.7), la zone concernée pour une charge de 500 mN est celle tracée sur la figure 1.19, pour les deux verres étudiés.

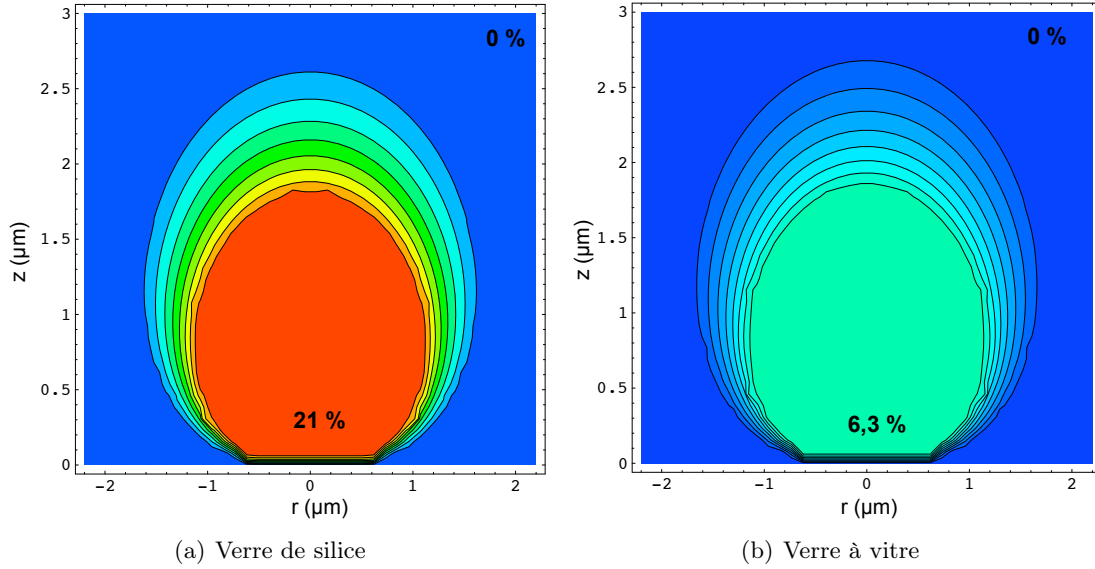


FIGURE 1.19 : Carte de changement irréversible relatif de densité (échelle linéaire) avec le modèle de BOUSSINESQ pour une charge de 500 mN.

L'intégration numérique de la fonction de volume  $\Delta V^p/V_0$  obtenue à partir de la répartition de pression, permet de connaître l'évolution du volume suivant  $z$ , la profondeur du massif (cf. figure 1.20).

Dans le cas du verre de silice, le volume densifié,  $\Delta V^p$ , est de **1,54  $\mu\text{m}^3$** , le volume de la zone densifiée,  $V_0$ , est de **8,87  $\mu\text{m}^3$** .

Dans le cas du verre à vitre, le volume densifié,  $\Delta V^p$ , est de **0,57  $\mu\text{m}^3$** , le volume de la zone densifiée,  $V_0$ , est de **9,56  $\mu\text{m}^3$** .

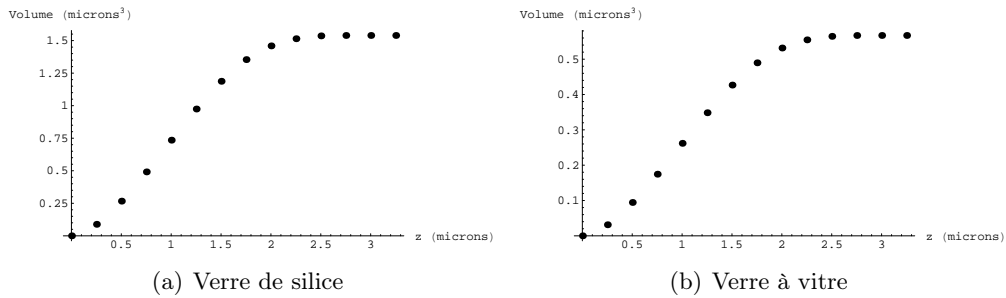


FIGURE 1.20 : Évolution du volume densifié suivant la profondeur avec le modèle de BOUSSINESQ pour une charge de 500 mN.

Pour cette solution, relativement simple et peu coûteuse en temps de calcul, on trouve l'évolution du volume total densifié en fonction de la charge (cf. figure 1.21) : elle est non linéaire, d'ordre 2, comme l'élément de volume  $dv = r d\theta dr dz$  qui multiplie l'équation 1.9 le laisse supposer. Les écarts entre les deux verres viennent du taux de saturation de la densification qui est différent pour chacun (21 % pour le verre de silice contre 6,3 % pour le verre à vitre).

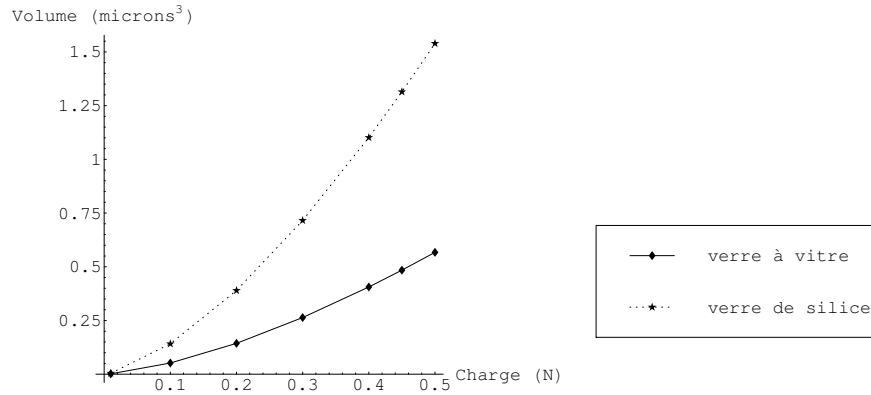


FIGURE 1.21 : Évolution du volume densifié en fonction de la charge, pour le verre de silice et le verre à vitre, estimé à partir du modèle de BOUSSINESQ.

### 1.3.3 Estimation à partir de la solution de HANSON

La solution de HANSON correspond au problème de l'indentation conique en considérant le demi angle  $\alpha$  de l'indenteur (voir figure 1.22).

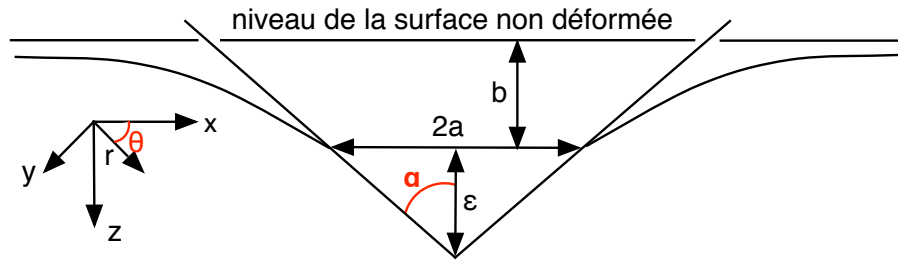


FIGURE 1.22 : Schéma de l'indentation conique dans le cadre de la solution de HANSON.

Cette solution s'appuie sur celle de FABRIKANT [1989] tout en étant de mise en œuvre plus aisée [HANSON, 1992]. Elle repose sur une fonction de GREEN, pour une force ponctuelle. La résolution se fait dans l'espace des nombres complexes, dans un repère cylindrique. La solution développée par SNEDDON [1951] est plus couramment utilisée ; pourtant la solution choisie ici est d'écriture beaucoup plus simple, avec seulement deux paramètres de longueurs contre neuf équations intermédiaires dans la solution de SNEDDON [1951]. Elle ne présente de plus aucune discontinuité, contrairement à celle de SNEDDON. Les détails du choix de cette solution se trouve Annexe 1.



On définit en premier lieu 3 paramètres géométriques  $a$ ,  $\varepsilon$  et  $\rho$  en fonction de  $F$ , la charge, et de  $H$ , un paramètre matériau égal à  $(1 - \nu^2)/(\pi E)$  dans la cas isotrope comme ici :

- $a$  le rayon de contact tel que  $a = \sqrt{2HF \operatorname{tg}(\alpha)}$
- $\varepsilon$  la profondeur de contact telle que  $\varepsilon = \frac{a}{\operatorname{tg} \alpha} = \sqrt{2HF \cotg(\alpha)}$
- $\rho$  la distance horizontale par rapport à l'origine telle que  $\rho = \sqrt{x^2 + y^2}$ .

On définit de plus les fonctions de longueurs  $l_1$  et  $l_2$  qui permettent d'exprimer les contraintes :

$$\begin{aligned} l_1(a) &= \frac{1}{2} \left( \sqrt{(\rho + a)^2 + z^2} - \sqrt{(\rho - a)^2 + z^2} \right) \\ l_2(a) &= \frac{1}{2} \left( \sqrt{(\rho + a)^2 + z^2} + \sqrt{(\rho - a)^2 + z^2} \right) \end{aligned} \quad (1.10)$$

Les contraintes dans l'espace des complexes s'écrivent alors<sup>9</sup> :

$$\begin{aligned} \sigma_1 &= -\frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} \left\{ (1+2\nu) \left( \ln \left( \frac{l_2(a) + \sqrt{l_2^2(a) - \rho^2}}{z + \sqrt{z^2 + \rho^2}} \right) \right) + \right. \\ &\quad \left. z \left( \frac{\sqrt{l_2^2(a) - a^2}}{l_2^2(a) - l_1^2(a)} - \frac{1}{\sqrt{\rho^2 + z^2}} \right) \right\} \\ \sigma_2 &= -\frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} e^{2i\theta} \left\{ (1-2\nu) \left( \frac{1}{a\rho^2} (2a^2 - l_2^2(a)) \sqrt{a^2 - l_1^2(a)} + \frac{z\sqrt{\rho^2 + z^2}}{\rho^2} - \frac{a^2}{\rho^2} \right) + \right. \\ &\quad \left. \frac{z^2 a (\rho^2 + 2l_1^2(a) - 2l_2^2(a))}{\rho^2 \sqrt{a^2 - l_1^2(a)} (l_2^2(a) - l_1^2(a))} + \frac{z(\rho^2 + 2z^2)}{\rho^2 \sqrt{\rho^2 + z^2}} \right\} \\ \sigma_{zz} &= -\frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} \left\{ \ln \left( \frac{l_2(a) + \sqrt{l_2^2(a) - \rho^2}}{z + \sqrt{\rho^2 + z^2}} \right) - \frac{z^2 l_2(a)}{\sqrt{l_2^2(a) - \rho^2} (l_2^2(a) - l_1^2(a))} + \right. \\ &\quad \left. \frac{z}{\sqrt{\rho^2 + z^2}} \right\} \\ \tau_z &= -\frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} e^{i\theta} \frac{1}{\rho} \left\{ \frac{z l_2(a) \sqrt{l_2^2(a) - \rho^2}}{l_2^2(a) - l_1^2(a)} - \frac{z^2}{\sqrt{\rho^2 + z^2}} \right\} \end{aligned} \quad (1.11)$$

Les contraintes  $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$ ,  $\sigma_{zz}$ ,  $\tau_{xy}$ ,  $\tau_{xz}$ , et  $\tau_{yz}$  sont directement issues de ces formules :

$$\begin{cases} \sigma_1 = \sigma_{xx} + \sigma_{yy} \\ \sigma_2 = \sigma_{xx} - \sigma_{yy} + 2i\tau_{xy} \\ \tau_z = \tau_{xz} + i\tau_{yz} \end{cases} \quad (1.12)$$

---

9. On remarque dans ces équations l'utilisation de logarithme. Or pour ces fonctions en prenant  $x$  et 1 avec une dimension, on a  $\ln x = \ln \frac{x}{1} = \ln x - \ln 1$ . Les fonctions sont donc bien sans dimension.

L'estimation des volumes densifiés s'effectue de la même façon que pour la solution de BOUSSINESQ, pour une charge de 500 mN et à partir la solution de HANSON pour le verre de silice et pour le verre à vitre.

On utilise un indenteur de cône équivalent en surface de contact à un indenteur VICKERS ou BERKOVICH, c'est-à-dire que pour un même enfoncement  $h$ , l'aire de contact est la même (cf. figure (1.23)).

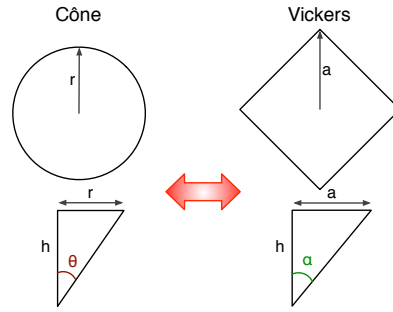


FIGURE 1.23 : Notations pour le calcul de l'angle de l'indenteur conique équivalent en surface à un indenteur VICKERS.

Pour un indenteur VICKERS, le demi angle  $\alpha$  est égal à  $148^\circ/2$  au niveau des arêtes et  $136^\circ/2$  au niveau des faces. D'après les notations des géométries on a :

$$\begin{aligned} 2a^2 &= \pi r^2 \\ \Leftrightarrow 2h^2 \operatorname{tg}^2(\alpha) &= \pi h^2 \operatorname{tg}^2(\theta) \\ \Rightarrow \theta &= \operatorname{tg}^{-1} \left( \sqrt{\frac{2}{\pi}} \operatorname{tg}(\alpha) \right) \end{aligned} \quad (1.13)$$

On trouve alors un angle équivalent aux arêtes,  $\theta$ , de  $70,3^\circ$ .

Dans le cas d'une indentation conique décrite par les équations de HANSON, la répartition des volumes densifiés est illustrée sur la figure 1.24.

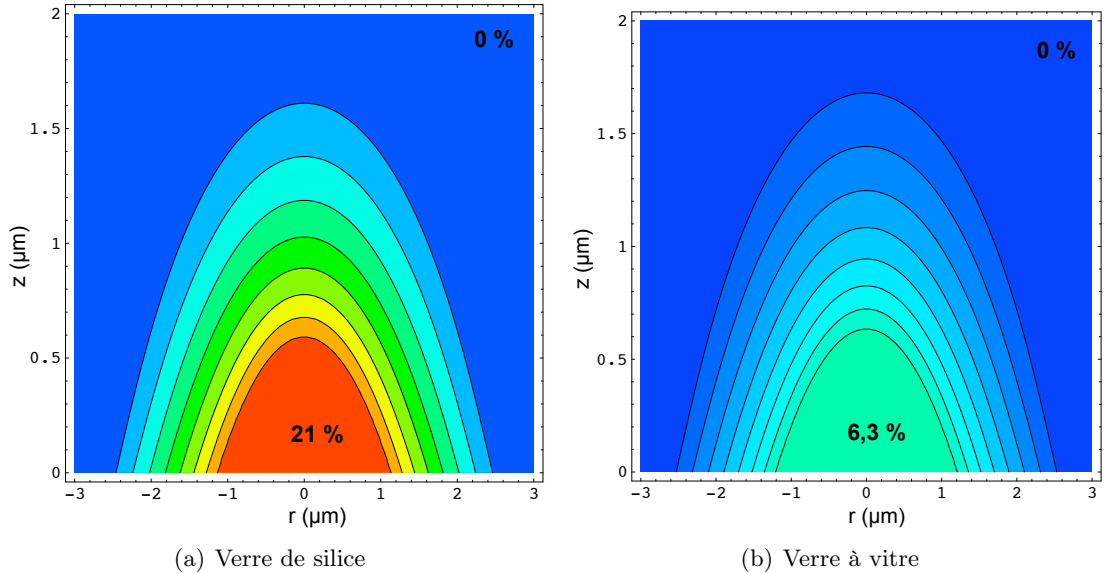


FIGURE 1.24 : Carte de changement irréversible relatif de densité (échelle linéaire) pour la solution de HANSON avec une charge de 500 mN.

Les évolutions de la répartition de volume en fonction de la profondeur sont représentées sur la figure 1.25.

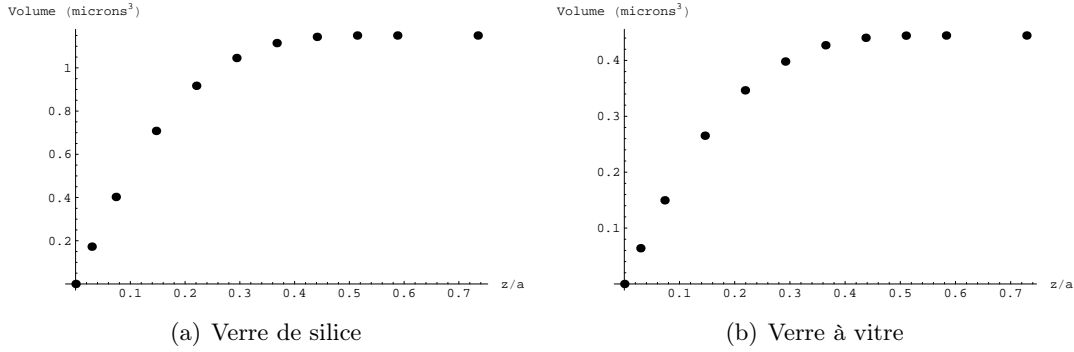


FIGURE 1.25 : Évolution du volume densifié avec la profondeur pour la solution de HANSON avec une charge de 500 mN.

Les résultats obtenus pour la solution de HANSON, avec une charge de 500 mN et un indenteur conique de demi angle de  $70,3^\circ$ , sont résumés par le tableau 1.2.

	$\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )	$V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )
Verre de silice	1,49	6,63
Verre à vitre	0,44	7,49

TABLE 1.2 : Estimation des volumes densifiés ( $\Delta V^p$ ) et affectés par la densification ( $V_0$ ) pour une indentation conique.

### 1.3.4 Illustration du principe de SAINT VENANT

Ce paragraphe sert à illustrer le principe de SAINT VENANT selon laquelle, loin des conditions aux limites, pour une même charge quel que soit sa distribution, les contraintes sont inchangées. Nous recherchons son applicabilité entre la solution pour un chargement ponctuel [BOUSSINESQ, 1885; JOHNSON, 1999] et celle pour une indentation conique [HANSON, 1992]. Nous nous plaçons toujours dans le cas d'une charge de 500 mN, sur le verre à vitre et le verre de silice.

Pour ce faire, nous regardons des grandeurs particulières des contraintes : la pression le long de l'axe de symétrie du massif et les contraintes à la surface. Regarder les contraintes au sein même du massif ne permet pas une comparaison directe, l'expression des champs y étant complexe. Nous nous plaçons là où les expressions se simplifient.

Le long de l'axe de symétrie, la pression s'écrit simplement (voir §1.3.2 et Annexe 1) et si les expressions ne sont pas identiques, les fonctions décrites sont très proches, comme le montre la figure 1.26. La pression hydrostatique est la seule contrainte que l'on peut examiner à cet endroit : les autres éléments du tenseur des contraintes de la solution de HANSON comportent des termes en  $\frac{1}{\rho^2}$ , une forme indéterminée.

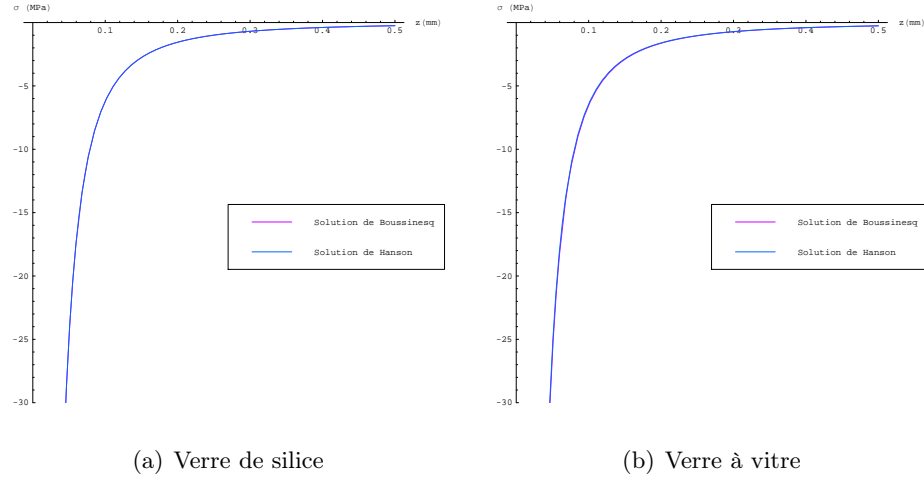


FIGURE 1.26 : Illustration du principe de SAINT VENANT avec la distribution de pression le long de l'axe de symétrie.

Les contraintes ont également une forme simple à la surface, soit en  $z = 0$ . C'est donc en ce lieu que nous allons nous placer pour illustrer le principe de SAINT VENANT. Pour les deux solutions, seules les contraintes suivant  $r$  et  $\theta$  sont définies avec  $\sigma_r = -\sigma_\theta$  dont les expressions sont les suivantes :

$$\begin{aligned} \sigma_r &= \frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} \frac{(1-2\nu)a^2}{2r^2} \quad , \text{ d'après la solution de HANSON} \\ \sigma_r &= \frac{F}{2\pi} (1-2\nu) \frac{1}{r^2} \quad , \text{ d'après la solution de BOUSSINESQ} \end{aligned} \quad (1.14)$$

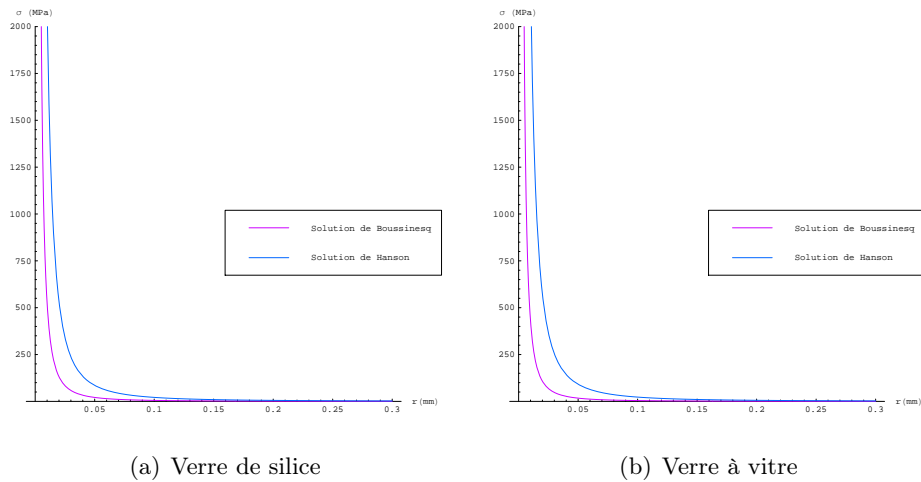


FIGURE 1.27 : Illustration du principe de SAINT VENANT avec la distribution des contraintes à la surface, sachant que  $a = 3,4 \mu\text{m}$ .

Les deux solutions ont la même vitesse de convergence vers zéro, en  $1/r^2$  : leur écart reste constant en pour-cent, mais les deux solutions tendent rapidement vers zéro. Il faut toutefois se placer à quinze fois le rayon de contact pour que la contrainte du modèle de HANSON soit inférieure à 100 MPa, elle est proche de 200 MPa en  $r = 10a$  alors qu'elle y est déjà inférieure à 50 MPa d'après la solution de BOUSSINESQ.

Sur les deux axes, les deux solutions convergent effectivement vers la même solution. Si le long de l'axe de symétrie, les deux solutions sont très proches, à la surface (zone où les conditions aux limites sont définies) les écarts sont plus importants et c'est la convergence de la solution vers zéro qui vérifie le principe.

### 1.3.5 Estimation à partir d'un résultat de simulation numérique

Des simulations numériques par éléments finis sont en dernier lieu réalisées dans cette partie pour connaître le volume densifié que l'on peut estimer à partir de modèles purement élastiques. Des essais d'indentation conique ou pyramidale de type VICKERS sont réalisés et la loi de comportement déjà utilisée (figure 1.17 et équation 1.7) donne une mesure de volume densifié  $\Delta V^p$  et de volume affecté par la densification  $V_0$ .

La modélisation numérique par la méthode des éléments finis se fait à l'aide d'un code de calcul, CAST3M développé initialement par le Commissariat à l'énergie atomique (CEA). La procédure de calcul est la suivante :

1. Calcul éléments finis jusqu'à la charge voulue, ici  $P = 500$  mN ;
2. Détermination des champs mécaniques  $\underline{\sigma}$ ,  $\underline{\varepsilon}$ ,  $\underline{u}$  ;
3. Calcul de  $\Delta\rho^p/\rho_0$  en chaque point de GAUSS ;
4. Calcul du volume densifié par élément et total ;

Des conditions aux limites de blocage sont appliquées dans le plan (R,Z) ou (X,Z) pour assurer les conditions de symétrie (figure 1.28). Le formalisme en grandes transformations (grands déplacements, grandes rotations, grandes déformations) est utilisé. Le pilotage se fait en déplacement suivant Z jusqu'à une force de 500 mN. En raison du contact, le pilotage est discrétisé en un nombre non régulier d'incréments de déplacements dont la taille varie. Une fois la charge voulue atteinte le calcul est stoppé et les champs mécaniques sauvegardés en vu d'un traitement ultérieur.

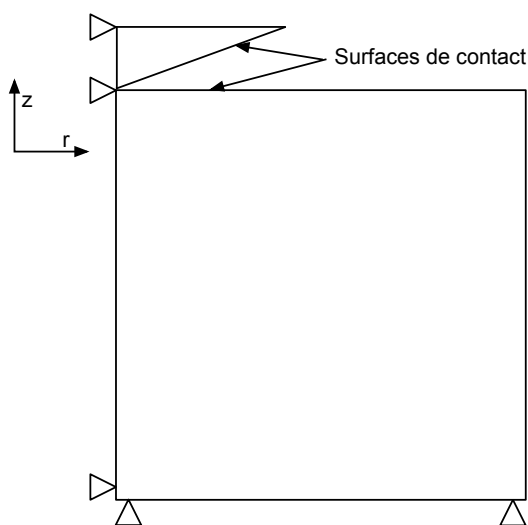


FIGURE 1.28 : Conditions aux limites de blocage sur le massif et sur l'indenteur.

L'indenteur diamant est modélisé comme un matériau élastique isotrope, le massif également. Les propriétés des verres sont celles citées dans le tableau 1.1 ; le diamant, lui, a un module d'YOUNG de 1 100 GPa et un coefficient de POISSON de 0,07.

### 1.3.5.1 Indentation conique

Pour des raisons de symétrie, le calcul se fait en condition axisymétrique. Le maillage comporte 7 985 nœuds et 6 936 éléments, les éléments sont des triangles à trois nœuds et des quadrangles à quatre nœuds. Le maillage comporte plusieurs zones afin d'avoir un raffinement maximal dans la zone de contact et de s'assurer que dix mailles minimum sont en contact à la charge maximale. Le contact est géré en deux dimensions par des éléments de types linéaires à 2 nœuds. La maillage de l'indenteur est fait avec des triangles à trois nœuds dont la densité décroît en s'éloignant de la pointe de l'indenteur, comme illustré sur la figure 1.29. Il s'agit d'un indenteur conique avec un demi angle de  $70,3^\circ$  (cf. 1.3.3) avec 196 éléments triangulaires à trois nœuds et 124 nœuds au total. Le maillage est celui de la figure 1.29.

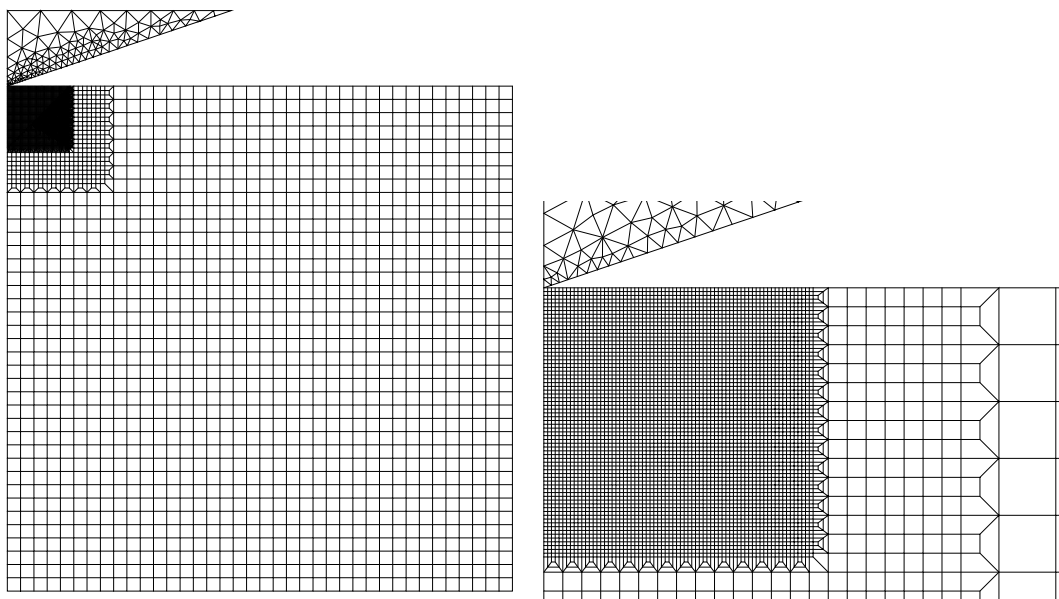


FIGURE 1.29 : Maillage du massif et de l'indenteur conique.

Le calcul est réalisé avec un frottement de type COULOMB avec un coefficient de 0,1.

La répartition de la densification pour le verre de silice et le verre à vitre est illustrée sur la figure 1.30. L'évolution des volumes densifiés avec la charge est tracée sur la figure 1.31.

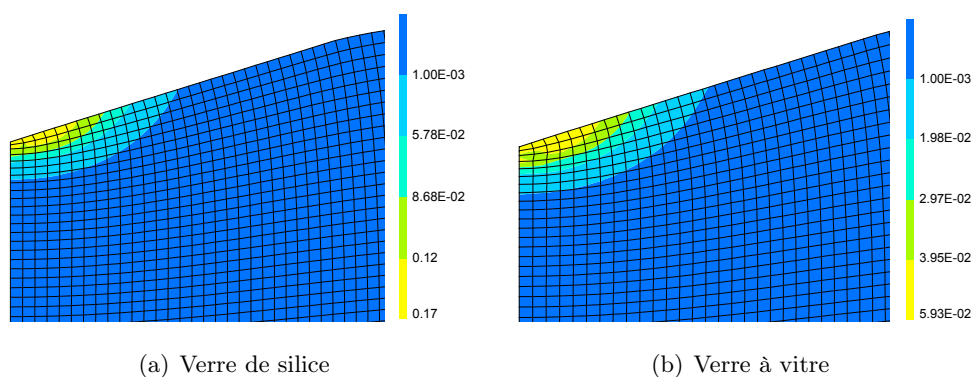


FIGURE 1.30 : Variation spatiale de la variation relative de densité  $\Delta\rho^p/\rho_0$  à 500 mN.

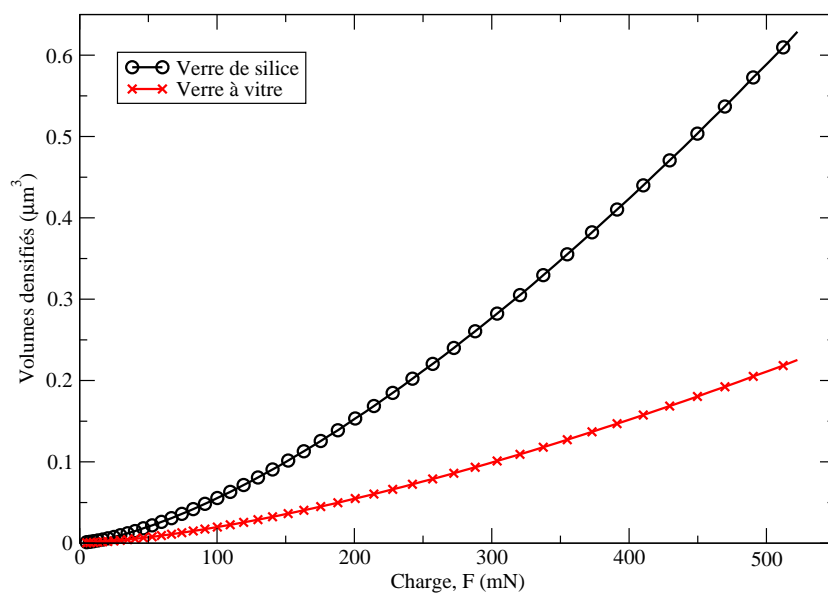


FIGURE 1.31 : Évolution des surfaces densifiées suivant la charge pour les deux types de verres dans le cas d'une indentation conique.

La zone de densification maximale (en jaune sur les figures 1.30 (a) et (b)) et la zone densifiée sont plus larges pour le verre à vitre que pour le verre de silice, mais le volume densifié du verre à vitre est plus petit que celui du verre de silice. Cet écart est dû au taux maximum de saturation qui est de 21 % pour le verre de silice contre 6,3 % pour le verre à vitre.

### 1.3.5.2 Indentation tridimensionnelle VICKERS

La géométrie du problème est plus complexe ; le calcul se fait en trois dimensions. Pour des raisons de symétries seuls  $\frac{1}{8}$  du massif et de l'indenteur sont maillés (voir figure 1.32).

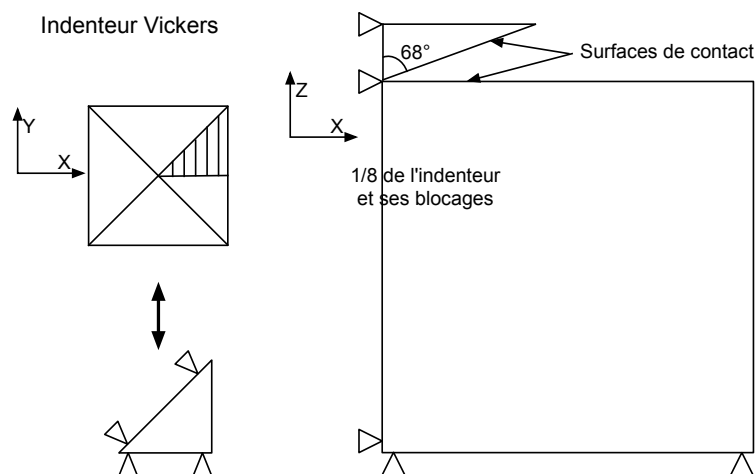


FIGURE 1.32 : Schématisation des conditions aux limites de blocages sur le massif et l'indenteur.

Des conditions aux limites de blocage dans le plan (X,Y) sont appliquées pour assurer les conditions de symétrie au niveau de l'indenteur et du massif. Le massif est également bloqué en translation suivant Z sur la base inférieure. Le maillage du massif se fait en deux temps :

1. Maillage d'une surface du plan  $Y = 0, X > 0, Z < 0$  avec des éléments quadrangles linéaires à quatre nœuds. La discrétisation est fine près de la zone potentiellement indentée, elle devient plus grossière quand on s'en éloigne [GIANNAKOPOULOS et LARSSON, 1997] ;
2. Rotation de cette surface de 45 °de façon à générer des éléments volumiques parallélépipèdes linéaires à huit noeuds, hormis le long de l'axe Z où des éléments pyramidaux linéaires à 6 noeuds sont utilisés.

La densité de maille de l'indenteur diminue quand on s'éloigne de la pointe. Le volume généré comporte 15 435 éléments à interpolation linéaire pour le massif et 1 890 éléments pour l'indenteur. La taille finale du massif est telle que le calcul y est insensible. Le contact se fait à l'aide d'éléments de contact linéaires à six nœuds entre le massif et l'indenteur. Il se fait avec un frottement de type COULOMB, le coefficient de frottement, sans réel influence sur le résultat, est pris à 0,1. Au moins 10 éléments sont en contact à la charge maximale.



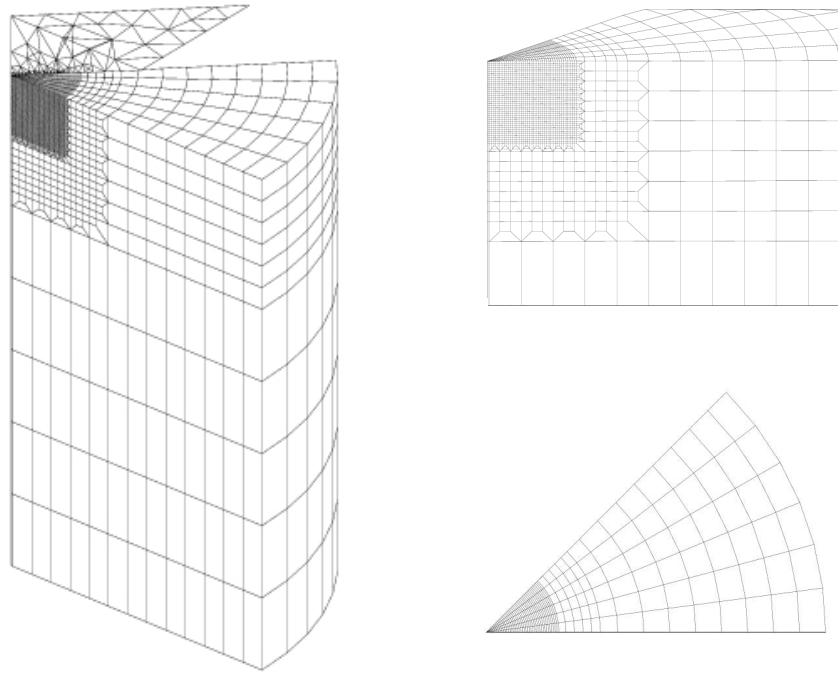


FIGURE 1.33 : Maillage de l'indenteur VICKERS et du massif, (a) Vue globale, (b) Vue du maillage fin du massif, (c) Vue de dessus du massif.

Les zones de densification maximale sont illustrées pour le verre de silice sur la figure 1.34, pour le verre à vitre sur la figure 1.35. Comme pour une indentation conique, la zone densifiée et la zone de densification maximale sont plus grandes pour le verre à vitre que pour le verre de silice. Le volume densifié pour le verre de silice est supérieur à celui pour le verre à vitre.

La géométrie d'un indenteur VICKERS présente des singularités, ce qui entraîne une différence de réponse entre les faces et les arêtes. La profondeur affectée par la densification reste identique, mais la zone concernée est deux fois plus importante sur les arêtes que sur les faces, pour les deux verres étudiés.

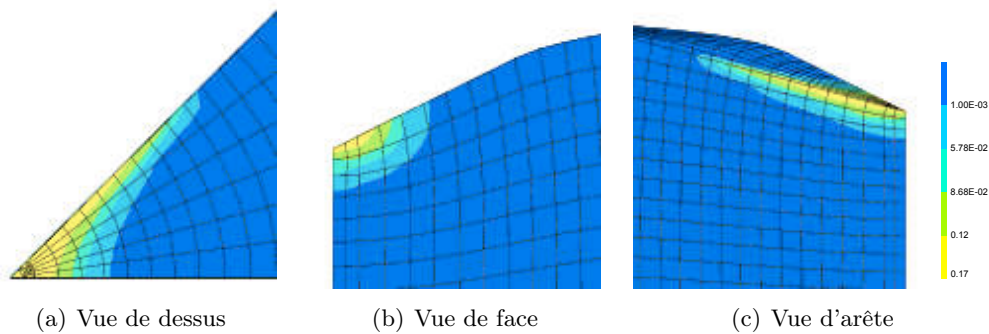


FIGURE 1.34 : Variation spatiale de la variation relative de densité  $\Delta\rho^p/\rho_0$  pour le verre de silice à 500 mN.

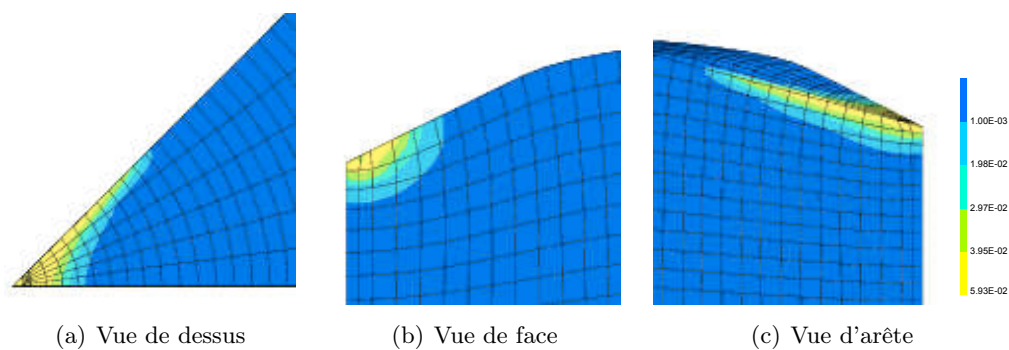


FIGURE 1.35 : Variation spatiale de la variation relative de densité  $\Delta\rho^p/\rho_0$  pour le verre à vitre à 500 mN.

L'évolution des volumes densifiés suivant la charge est tracée sur la figure 1.36. Le volume densifié lors d'une indentation VICKERS est supérieur à celui trouvé lors d'une indentation conique, en raison des singularités géométriques supplémentaires, générées par les arêtes de la pyramide, où se créent de larges zones fortement densifiées.

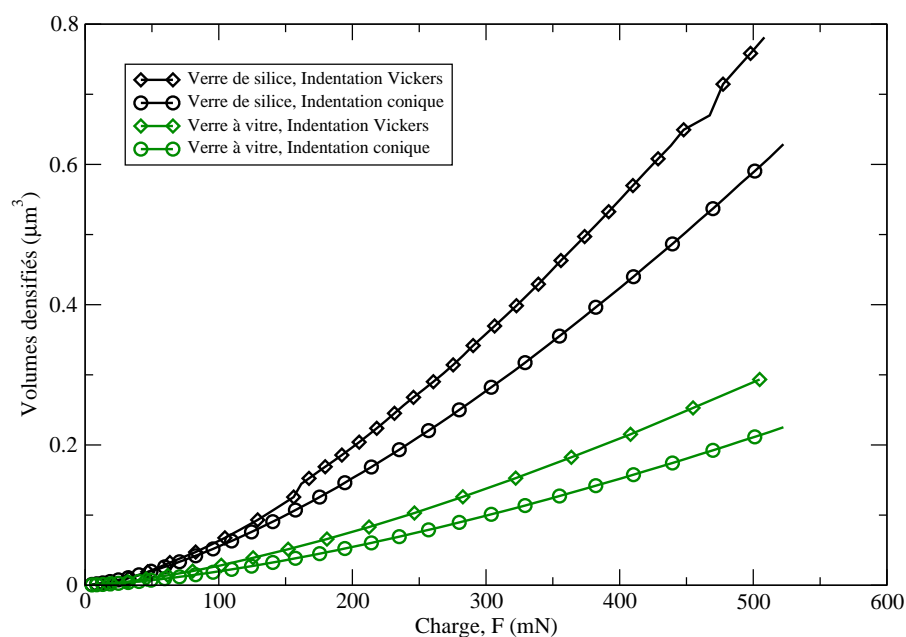


FIGURE 1.36 : Évolution des volumes densifiés suivant la charge pour les deux types de verres dans le cas d'une indentation VICKERS et d'une indentation conique.

### 1.3.5.3 Couplage élasticité-densification

Les simulations d'indentation en élasticité constituent une première approche du phénomène de densification ; d'autant plus que les essais menés au laboratoire ont montré une évolution des propriétés élastiques des verres suivant la pression maximale appliquée [Jl, 2007], résumés au paragraphe 1.2.3.

Ces évolutions vont être intégrées au calcul éléments finis pour tenir compte en cours de calcul de l'évolution du module d'YOUNG et du coefficient de POISSON. Rappelons que pour le verre de silice

- E varie de 74,5 GPa à 108,6 GPa.
- $\nu$  varie de 0,17 à 0,25.

Pour le verre à vitre, ces modifications des propriétés élastiques sont bien moindres. Le module d'YOUNG varie de 71,5 GPa à 78,4 GPa et le coefficient de POISSON ne varie pas. La simulation d'une indentation conique sert de base de comparaison.

Pour une charge de 500 mN, on a un volume densifié de **0,58  $\mu\text{m}^3$**  pour le verre de silice et de **0,22  $\mu\text{m}^3$**  pour le verre à vitre. Les zones densifiées obtenues sont identiques à celles obtenues auparavant, sans couplage. Elles correspondent à celles de la figure 1.30.

Ces volumes correspondent à ceux trouvés dans le cas du modèle non couplé. Le couplage n'apporte aucune amélioration à nos résultats.

### 1.3.6 Critique de la démarche

#### 1.3.6.1 Récapitulatif des résultats

Les volumes densifiés,  $\Delta V^p$ , obtenus pour les différentes simulations ainsi que les volumes mesurés expérimentalement sont récapitulés dans le tableau 1.3. Le tableau 1.4 qui suit, donne lui le volume de la zone de densification,  $V_0$ , estimé par nos différents modèles.

Types de calculs	Verre de silice	Verre à vitre
Calculs formels ( $\mu\text{m}^3$ )		
BOUSSINESQ	1,54	0,57
HANSON	1,49	0,44
Calculs Eléments finis ( $\mu\text{m}^3$ )		
Cône	0,58	0,22
VICKERS	0,76	0,29
Essais d'indentation VICKERS ( $\mu\text{m}^3$ )		
Mesure	8,8	10,3
[YOSHIDA <i>et al.</i> , 2005]		

TABLE 1.3 : Récapitulatif des variations de volume,  $\Delta V^p$ , à 500 mN.

Types de calculs	Verre de silice	Verre à vitre
Calculs formels ( $\mu\text{m}^3$ )		
BOUSSINESQ	8,9	9,6
HANSON	6,6	7,5
Calculs Eléments finis ( $\mu\text{m}^3$ )		
Cône	14,3	18,1
VICKERS	23,1	28,3

TABLE 1.4 : Récapitulatif des volumes de la zone affectée par la densification,  $V_0$ , à 500 mN.

Une première remarque est que quelque soit le modèle, **le verre de silice densifie bien plus que le verre à vitre**. Il existe un facteur proche de 3 entre les deux verres pour les différentes solutions. Cette écart vient des propriétés mêmes des verres mais également de la valeur de densification maximale. On note cependant que le volume de la zone densifiée,  $V_0$ , estimé pour le verre à vitre est supérieur à celui estimé pour le verre de silice, et supérieur pour une indentation VICKERS à celui trouvé pour une indentation conique.

Une seconde remarque est que pour un même verre, les deux solutions analytiques donnent un volume densifié du même ordre de grandeur. Une indentation conique provoque moins de densification qu'une indentation de type pyramidale VICKERS d'après les calculs par éléments finis.

Une troisième remarque est que les calculs par éléments finis estiment des volumes densifiés inférieurs à ceux des solutions analytiques. En comparant les champs de contrainte des solutions analytiques avec ceux des simulations des calculs par éléments finis, on note que les contraintes, pour une indentation conique, sont supérieures dans le cas du modèle de HANSON à celles issues du calcul par éléments finis (cf. Annexe 2). Ces différences s'expliquent par la présence d'une énergie élastique non bornée dans les modèles analytiques. Les solutions étant discrétisées dans calculs par éléments finis, l'énergie élastique y est bornée.

Les écarts entre les modèles sont, dans les deux cas, importants sous l'indenteur, soit dans la zone qui nous intéresse dans cette étude. La condition de SAINT VENANT est vérifiée loin de la zone de contact, mais n'apporte rien à notre problème, très local. De plus, ces modèles analytiques sont utilisés pour retrouver la courbe force-déplacement et dans le cas d'un chargement élastique, ces modèles et les simulations numériques par éléments finis donnent bien la même courbe. Ainsi, elle n'apparaît pas comme un facteur discriminant dans la validation du modèle à choisir, étant trop pauvre en information.

Enfin, les modèles analytiques ne prévoient pas un volume densifié suffisamment grand mais plus proche de celui observé que les estimations numériques. Ils donnent des volumes densifiés environ cinq fois inférieurs aux résultats expérimentaux ; les simulations numériques donnent elles des volumes de l'ordre de dix fois inférieurs aux résultats expérimentaux.

La solution de HERTZ pour l'indentation sphérique, dont les détails se trouvent à la fin de l'Annexe 1 pour les équations et à la fin d'Annexe 2 pour le calcul des volumes densifiés et affectés par la densification, ne donne pas de résultats comparables aux autres résultats analytiques : il s'agit d'une indentation non pointue avec un paramètre supplémentaire qui influence nettement les résultats, le rayon de l'indenteur. Plus le rayon est faible, plus la solution est proche de la solution pour un indenteur pointu et réciproquement, plus le rayon est important, plus elle en est loin.

Dans nos différentes simulations, nous avons pris un rayon moyen de 0,5 mm. Les résultats entre simulation par éléments finis et modèle analytique concordent : pour une charge de 500 mN, il n'y a pas de densification. Les simulations par éléments finis prévoient une initiation de la densification vers 540 N pour le verre de silice et vers 440 N pour le verre à vitre. La solution analytique ne prévoit pas de densification avant une charge de 20 000 N. En augmentant la charge et/ou en diminuant le rayon de l'indenteur, nous pourrions trouver une gamme de valeurs pour lesquelles il y a densification des verres. Malheureusement, utiliser expérimentalement de telles charges provoquerait la fissuration et la rupture de l'échantillon sans que l'on ne puisse extraire une quelconque valeur de densification.

### 1.3.6.2 Critiques des résultats

La première constatation est que le volume calculé pour la silice est supérieur à celui calculé pour le verre à vitre, contrairement à ce qui est observé expérimentalement [YOSHIDA *et al.*, 2005; JI, 2007; JI *et al.*, 2006].

Les mesures expérimentales sont basées sur une méthode de recuit dont une des hypothèses, forte, est que tout le volume densifié, et uniquement lui, est restitué lors du recuit de deux heures à  $0,9 T_g$ . Cette hypothèse est confortée par les résultats de spectroscopie RAMAN des échantillons avant et après recuit. Cependant, nous ne pouvons être complètement catégoriques quant à la pertinence de ce protocole expérimental. On peut s'attendre en effet à ce que le taux de volume restitué soit aussi affecté par le relâchement des contraintes internes au cours du recuit. Ces contraintes, plus élevées dans le cas du verre à vitre que dans celui du verre de silice, pourraient être à l'origine des écarts observés entre la modélisation et l'expérience.

Le modèle de comportement choisi pour décrire une déformation permanente est celui d'un matériau élastique linéaire isotrope. Le calcul de volume se fait *a posteriori* à partir des résultats des différents modèles ou calculs. Il apparaît, comme on le pressentait, que ce modèle ne suffit pas à décrire le comportement observé et surtout, qu'il ne permet pas de comprendre le rôle joué par les différents mécanismes mis en jeu, ainsi que par leurs couplages lors d'un essai d'indentation.

L'objectif du chapitre 2 est donc de proposer une modélisation de ces mécanismes par une approche en mécanique non linéaire.



## Chapitre 2

# Modélisation du comportement mécanique non linéaire du verre

Ce chapitre vise à proposer des lois de comportement rendant compte de l'essai d'indentation pour les verres d'oxydes, plus particulièrement pour le verre de silice et le verre à vitre. Ces lois, physiquement motivées, s'appuient sur les résultats expérimentaux obtenus en compression hydrostatique, présentés dans le premier chapitre.

Le but de cette modélisation est de trouver des lois qui soient cohérentes avec les grandeurs mesurées sur des essais d'indentation :

- les courbes force-déplacement,
- les empreintes en terme de profil,
- les volumes densifiés, mesurés à l'aide d'empreintes relaxées à  $0,9 T_g$ ,
- la répartition de la densification obtenue par spectroscopie RAMAN.

L'essai d'indentation est très complexe d'un point de vue mécanique, il n'est donc pas évident de remonter des grandeurs extraites de l'essai au comportement du matériau. En effet, les champs de contrainte et de déformation résultant sont fortement hétérogènes (la matière est sollicitée depuis quelques pascals jusqu'à plusieurs dizaines de giga pascals). De plus, il n'est pas prouvé *a priori* qu'il y ait unicité de la loi rendant compte de ces différentes observations ; la non unicité de la solution pour une courbe force-déplacement est connue.

Il est donc nécessaire d'adopter une démarche itérative dans laquelle nous proposons une loi, crédible physiquement, et dont nous étudions la réponse grâce à des outils numériques, les simulations par éléments finis dans notre cas. Les résultats obtenus sont analysés afin d'ajuster les paramètres variables de nos modèles et le type de loi, pour une meilleure reproduction de l'expérience.

Pour ce faire, nous avons choisi d'étudier séparément puis ensemble différents critères de plasticité et plusieurs modes de déformation pour évaluer leurs influences propres et leurs couplages. Cette démarche présente l'avantage de fournir des informations sur l'aspect coopératif ou concurrent de ces différents ingrédients.



## 2.1 Choix des lois de comportement

Dans cette première partie, nous cherchons des lois de comportement rendant compte des déformations permanentes observées sur le verre à vitre et le verre de silice, lors d'un essai d'indentation. Notre but est de découpler les différents mécanismes : la pression et le glissement. Les lois mises en place décrivent la densification avec un réalisme croissant, nous sommes partis d'un modèle en pression auquel nous avons ajouté une saturation de la densification, puis un couplage élasticité-densification.

Loin de la température de transition vitreuse, le comportement des verres est indépendant du temps : le verre se comporte comme un solide. Notre étude se fait à température ambiante, la condition  $T < T_g$  est vérifiée ; nous pouvons donc nous placer dans le cadre d'un comportement élasto-plastique.

Avant de rentrer dans le détail de nos modèles, nous allons commencer par donner le cadre formel dans lequel nous nous plaçons, puis regarder les modèles de comportement irréversible des verres existants dans la littérature et les critiques à formuler vis-à-vis de leur cohérence avec l'expérience.

### 2.1.1 Cadre de la Mécanique des Milieux Continus

Un matériau élasto-plastique possède deux modes de déformations travaillant en série, la partie élastique des déformations, notées  $\varepsilon^e$ , et la partie plastique des déformations,  $\varepsilon^p$ . L'état de contrainte représenté par le tenseur des contraintes,  $\underline{\sigma}$ , régit alors l'activation de ces deux modes de déformation.

Le tenseur des contraintes comporte 6 informations indépendantes. Trois d'entre elles sont les contraintes principales, notées  $\sigma_i$  avec  $i \in \{1, 3\}$ . Les trois autres sont liées à l'orientation des directions principales des contraintes dans l'espace réel.

Les verres étudiés possèdent un comportement isotrope ce qui implique que leur comportement mécanique ne tient pas compte des informations d'orientation mais uniquement des contraintes principales. Il est donc commode de présenter ce type de loi de comportement dans l'espace des contraintes où le tenseur des contraintes se réduit à un vecteur noté  $\vec{\sigma}$  de coordonnées  $(\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3)$ . On note  $\kappa$  la trisectrice des contraintes d'équation  $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$  et de vecteur directeur  $\vec{\kappa} = \frac{1}{\sqrt{3}}(1, 1, 1)$ . On remarque que cette droite est aussi le lieu des états de contrainte purement hydrostatique.

La pression hydrostatique  $p$  associée à tout état de contrainte est obtenue par  $p = -\frac{1}{\sqrt{3}} \vec{\sigma} \cdot \vec{\kappa}$ . Le tenseur des contraintes déviatoriques se réduit au vecteur des contraintes déviatoriques  $\vec{s} = \vec{\sigma} - (\vec{\sigma} \cdot \vec{\kappa}) \vec{\kappa}$ .

On définit le cisaillement équivalent  $\tau_{eq}$  par la distance entre un état de contrainte et la droite  $\kappa$  par  $\tau_{eq} = \frac{1}{\sqrt{2}} \|\vec{s}\|$ .

La déformation plastique n'est possible que quand les contraintes dépassent un seuil donné. En conséquence, il existe un domaine borné par une surface fermée dite de charge à l'intérieur duquel les vitesses de déformations sont uniquement élastiques dans l'espace des contraintes. La plasticité n'est possible que quand le vecteur contrainte appartient à la surface de charge. Dans ce cas, il est nécessaire de connaître la direction du taux de déformations plastiques  $\dot{\varepsilon}_p$ .

Le principe de normalité indique que le travail plastique est maximal pour un état de contrainte donné si le taux de déformation plastique est normal localement à la surface de charge. Une loi d'écoulement qui respecte le principe de normalité est dite associée. Si aucune observation expérimentale n'invalide ce principe, il est préférable de le respecter. Si le matériau présente un écoulement, il est nécessaire de décrire l'évolution de la surface de charge en fonction de la déformation plastique cumulée et des variables internes.

Pour mieux illustrer ces propos, nous représentons sur la figure 2.1 des critères de limite de plasticité dépendant de la pression,  $p$ , et du cisaillement,  $\tau$ , ainsi que les directions des taux de déformations permanentes,  $\dot{\varepsilon}_p$  en confondant les axes des contraintes avec ceux des taux de déformations permanentes.

Dans le cas de la plasticité des verres métalliques,  $\dot{\varepsilon}_p$  se décompose en un glissement  $\gamma^p$  et une dilatation  $\xi^p$ , soit une augmentation permanente de volume [KERYVIN, 2008]. Le cisaillement nécessaire pour atteindre la surface de charge s'abaisse lorsque la contrainte moyenne  $\sigma_m$  est positive (comme en traction) et s'élève lorsque  $\sigma_m$  est négative (comme en compression), ou lorsque la pression hydrostatique  $p$  est positive (loi 1 de la figure 2.1).

Au contraire, dans le cas des verres d'oxydes, la pression nécessaire pour atteindre la surface de charge est abaissée par le cisaillement (loi 2 de la figure 2.1). Les déformations permanentes générées sont alors une compaction  $\frac{\Delta V^p}{V_0}$ , soit une diminution permanente de volume, et un glissement permanent  $\gamma^p$ .

Notons que le comportement non linéaire des verres métalliques et d'oxydes diffère fortement.

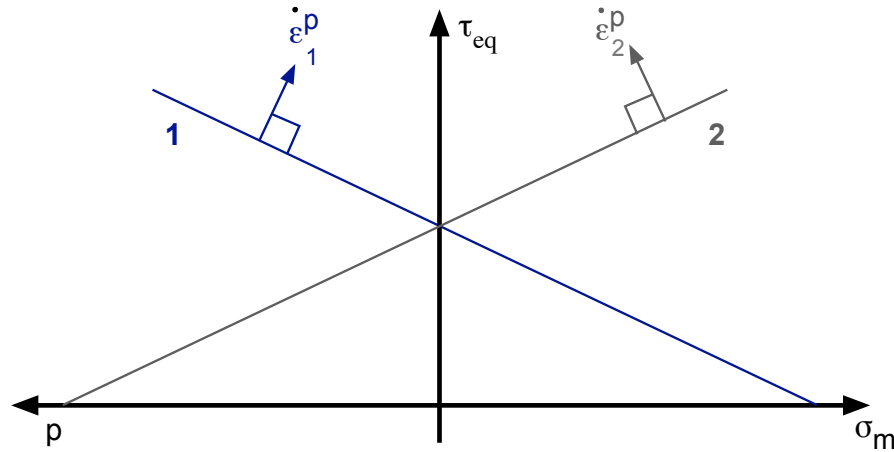


FIGURE 2.1 : Schéma illustrant différents exemples de critères plasticité et directions de l'écoulement plastique dans le plan  $\tau - \sigma$ . "Plasticité" correspond aux verres métalliques et un critère linéaire en  $(\tau, \sigma_m)$  - loi 1 - tandis que "Densification" pourrait correspondre aux verres d'oxydes et un critère affine en  $(\tau, p)$  - loi 2.

Dans le contexte des verres d'oxydes que nous étudions, définir un nouveau modèle de comportement revient à définir les éléments suivants :

- Une surface de charge qui reflète les observations expérimentales sur la sensibilité à la pression. Les données expérimentales comme la structure de ces verres ne laissent pas penser que la plasticité par glissement soit sensible à la direction de cisaillement. La surface de charge est donc de révolution autour de  $\kappa$  et nécessite une représentation dans le plan  $(p, \tau_{eq})$  seul.
- Un domaine borné par cette surface de charge qui n'entraîne pas de déformation permanente. Tout état de contrainte contenu strictement dans ce domaine engendre uniquement des déformations élastiques.
- Une loi d'écrouissage et la modification de la surface de charge.
- Une relation (couplage) entre l'écrouissage et l'évolution des constantes d'élasticité, la densification entraînant une évolution de ces constantes.
- Une loi d'écoulement, c'est-à-dire une direction d'écoulement plastique, que nous prenons associée, permettant de définir complètement le modèle irréversible.

### 2.1.2 Modélisations proposées dans la littérature

Les publications centrées sur la modélisation du comportement plastique des verres d'oxydes sont peu nombreuses et les modélisations qui y sont proposées variées. Les travaux précurseurs de MARSH [1964] s'appuient sur une surface de charge cylindrique et un écoulement plastique de glissement uniquement. La modélisation proposée ne prend donc pas en compte la densification. ZENG *et al.* [1995] utilisent ce même modèle (numéroté **1** sur la figure 2.2) pour avoir une comparaison avec leurs résultats expérimentaux (courbe d'indentation force-déplacement et champ de contraintes résiduelles). Ils obtiennent une limite élastique  $k_0$  de 1,6 GPa sur un verre à vitre ce qui leur permet de reproduire la courbe force-déplacement. Une leçon à tirer de cela est que rendre compte de la réponse globale en indentation n'est qu'une condition nécessaire à la mise en place d'une loi de comportement adéquate.

Les premières modélisations tenant compte de la densification sont dues à IMAOKA et YASUI [IMAOKA et YASUI, 1976; YASUI et IMAOKA, 1982]. Les auteurs y utilisent une surface de charge conique de type DRUCKER-PRAGER inversé, avec écrouissage. Cette surface est représentée sur la figure 2.2 avec le numéro **3**. La loi d'écoulement,  $\dot{\xi}^p$  est associée, elle comprend donc une composante de densification  $\xi^p$ , et une composante glissement plastique  $\gamma^p$ . L'évolution de la surface de charge est décrite par un écrouissage isotrope linéaire, dont l'intensité est déduite d'expériences de compression hydrostatique. Les auteurs étudient l'indentation coin d'un échantillon de verre et comparent les courbes force-déplacement obtenues ainsi que les topologies d'empreintes à des résultats obtenus par simulation numérique par la méthode des éléments finis.

On peut formuler les critiques suivantes quant à leur modélisation :

- de la densification peut apparaître avec une pression négative, avec de la tri-traction par exemple, ou avec une pression nulle ;
- du glissement plastique peut apparaître en l’absence de cisaillement ;
- il n’y a pas de saturation de la densification ;
- l’écrouissage est isotrope.

L’équipe de LAMBROPOULOS [LAMBROPOULOS *et al.*, 1997; XIN et LAMBROPOULOS, 2000] utilise le même type de critère qu’IMAOKA et YASUI ainsi que la même direction d’écoulement mais sans écrouissage (modèle numéroté **2** sur la figure 2.2). Ces auteurs identifient les paramètres  $k_0$  et  $P_0$  en comparant la courbe force-déplacement issue des simulations numériques par éléments finis d’une indentation BERKOVICH tridimensionnelle, avec une expérience de nano-indentation à 30 mN sur la silice. Ils obtiennent  $k_0 = 13,5$  GPa et  $P_0 = 9$  GPa. Enfin, ils observent les contours de densification sous l’empreinte. La densification maximale peut atteindre des valeurs supérieures à 30 % puisque la modélisation n’incorpore pas de saturation.

La dernière modélisation en date est donnée par KERMOUCHE *et al.* [2008], (modèles **4** et **5** sur la figure 2.2). Elle répond, en partie, aux critiques énoncées précédemment. Le critère est celui de VON MISES pour les pressions négatives et est semi-elliptique pour les pressions positives, avec un écrouissage non isotrope. Ce dernier élément, s’il n’est pas nécessairement très différent d’une surface de charge conique, permet, en conservant par commodité un écoulement associé, de ne pas avoir de densification pour une pression nulle ou du glissement plastique pour un cisaillement nul. Par contre, la saturation de la densification n’est pas prise en compte. À partir d’une expérience de nano-indentation à 500 mN (sic) sur la silice, ils identifient  $k_0 = 6,5$  GPa et  $P_0 = 11,5$  GPa en effectuant une simulation numérique par éléments finis avec un cône (simulation axisymétrique) équivalent. Enfin, ils comparent des cartes de densification sous l’empreinte, obtenues numériquement avec le cône et des cartes obtenues expérimentalement par spectroscopie RAMAN sur l’arête d’une indentation VICKERS de 2 kg [PERRIOT *et al.*, 2006]. Ils trouvent une excellente correspondance de ces cartes, meilleure que celle trouvée par l’équipe LAMBROPOULOS, même si les niveaux maximum ne sont pas saturés.

D’une façon générale, il existe différents modèles permettent de rendre compte de la réponse mécanique de l’essai d’indentation (courbe force-déplacement) mais où la physique n’est pas correctement décrite ! On peut citer l’absence de saturation pour tous ces modèles ou l’absence d’écrouissage pour l’un d’entre eux.

En outre, ces modélisations couplent cisaillement et pression, et pour la surface de charge, et pour l’écoulement. Les résultats expérimentaux, s’ils indiquent un rôle du cisaillement, ne sont pas suffisamment clairs pour quantifier les interactions. Par contre, un couplage entre densification et élasticité n’est pas pris en compte. Il faut aussi remarquer que tous ces modèles sont formulés en petites transformations. Dans le dernier cas, la loi est intégrée à un code de calcul, qui permet de faire des calculs en grandes transformations, mais avec des résultats différents de ceux d’une loi écrite en grandes transformations puis simulée dans un code de calcul.

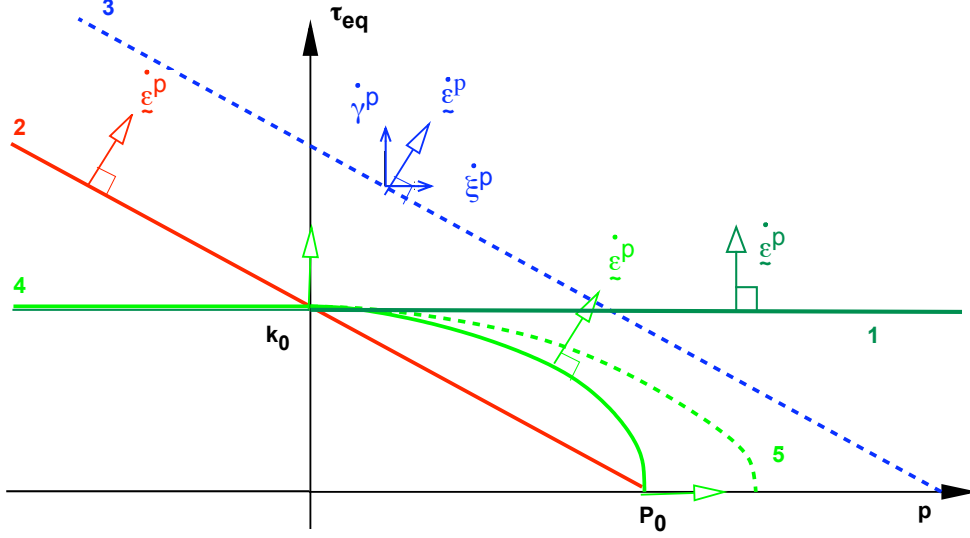


FIGURE 2.2 : Critères de limite élastique et directions d'écoulement utilisés dans la littérature pour modéliser le comportement mécanique du verre, et représentés dans le plan cisaillement équivalent (au sens de VON MISES)  $\tau_{eq}$  – pression  $P$ . Le critère 1 est utilisé par ZENG [ZENG *et al.*, 1995]. Le critère 2 est utilisé par l'équipe de LAMBROPOULOS [LAMBROPOULOS *et al.*, 1997; XIN et LAMBROPOULOS, 2000] (pas d'écrouissage), et comme critère initial par IMAOKA et YASUI [IMAOKA et YASUI, 1976; YASUI et IMAOKA, 1982]. Dans ce dernier cas, 3 est le critère modifié par écrouissage. 4 est le critère initial utilisé par KERMOUCHE *et al.* [KERMOUCHE *et al.*, 2008] et 5 le critère modifié par écrouissage.

C'est pourquoi, sans chercher systématiquement à rendre compte quantitativement des résultats expérimentaux d'indentation, nous allons étudier :

- l'effet de la seule densification, proprement identifiée expérimentalement, sur la réponse mécanique de l'essai d'indentation ;
- l'effet d'une saturation de la densification ;
- l'effet d'un couplage élasticité-densification ;
- l'effet d'un glissement plastique pour les pressions négatives ;

Une fois ces quatre effets quantifiés, il reste à déterminer l'effet de différents couplages cisaillement-pression sur ces quatre premiers items afin de trouver la ou les loi(s) de comportement les plus pertinentes. Reste alors à écrire cette loi en grandes transformations pour l'appliquer proprement à une simulation numérique d'indentation. Ce dernier point n'est pas développé dans ce mémoire mais fait partie des perspectives.

### 2.1.3 Vers une modélisation des déformations irréversibles dans les verres d'oxydes

De nombreux résultats expérimentaux sur le verre à vitre et le verre de silice ont été obtenus au sein du laboratoire [JI, 2007; ROUXEL *et al.*, 2008c], ils sont présentés dans la partie 1.2.2 à partir d'essais de compression hydrostatique et d'indentation VICKERS. Les résultats, résumés au §1.2.3 constituent la base de données sur laquelle s'appuie notre démarche .

Notre étude commence par celle des différents modes de déformation, un à un, rencontrés lors d'un essai indentation : les déformations à volume constant générés par le glissement plastique, les déformations avec une diminution de volume générés par la pression hydrostatique.

Le modèle de densification est alors enrichi par les différentes données expérimentales à notre disposition.

#### 2.1.3.1 Découplage cisaillement-pression

La difficulté de connaître le rôle du cisaillement vient de la fragilité du verre liée à la présence de défauts superficiels. Ainsi la limite en cisaillement pour un verre de silice, obtenue à température ambiante à partir d'un essai de traction sur un massif est de 50 MPa. En l'absence de défaut, par exemple sur une fibre, une limite de 10 GPa en traction est trouvée [KURKJIAN *et al.*, 2003]. Un critère de TRESCA nous donne donc grossièrement, une limite en cisaillement de l'ordre de **5 GPa**.

De ces expériences, il apparaît que la pression et le cisaillement influent tous deux sur la déformation sans que leur influence réciproque ne soit claire. Nous avons deux phénomènes concurrents : l'approche la plus logique, ou du moins celle que nous avons adoptée, consiste à étudier les deux phénomènes séparément puis à regarder dans un second temps comment ils influent l'un sur l'autre. La limite en cisaillement n'étant pas connue, elle sert de paramètre pour retrouver les résultats expérimentaux. Les premières lois écrites sont illustrées sur la figure 2.3.

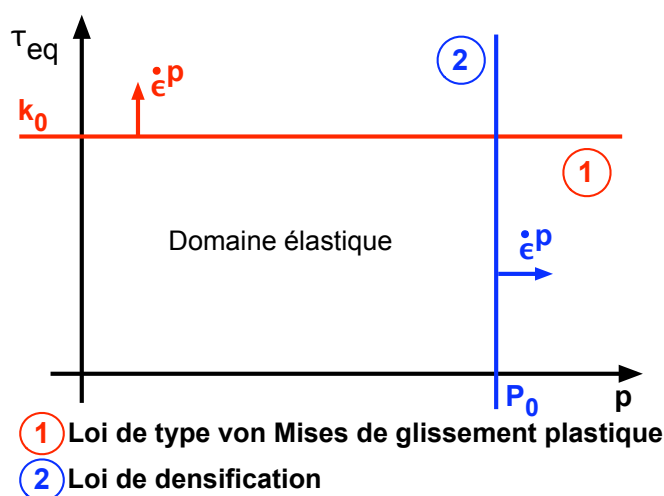


FIGURE 2.3 : Loi de comportement en cisaillement et en pression : premières lois.

### 2.1.3.2 Existence d'un « écouissage » en pression

Lors d'un chargement purement hydrostatique, la densification a lieu entre deux pressions seuils : elle commence à 8 GPa et sature à 20 GPa pour les deux verres étudiés. La surface de charge se modifie donc entre ces pressions. Une fois la saturation en pression atteinte, le comportement redevient élastique, c'est pourquoi on parle de « pseudo-écrouissage ». Le comportement décrit est celui de la figure 1.16.

Ainsi la loi de densification (loi ② sur la figure 2.3) est enrichie par un modèle d'évolution de la surface de charge, avec la même direction d'écoulement. La loi de comportement résultante est illustrée sur la figure 2.4, on fera référence à cette loi en parlant de la loi ③.

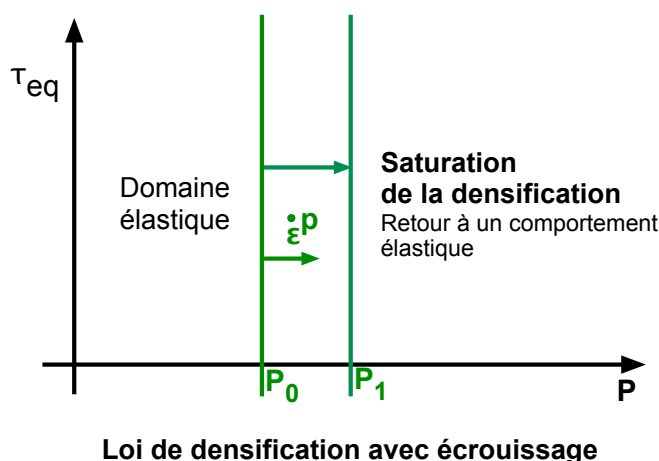


FIGURE 2.4 : Loi de comportement en pression avec évolution de la surface de charge.

### 2.1.4 Vers un modèle plus élaboré

À partir des comportements élasto-plastiques proposés : plasticité par glissement sans écouissage (surface de charge cylindrique), densification sans écouissage (surface de charge plane) et densification avec pseudo-écrouissage, nous allons essayer de reproduire les observations expérimentales. Pour cela, chaque loi est étudiée séparément avant d'être éventuellement combinée avec une autre. Les lois étudiées sont résumées sur la figure 2.5.

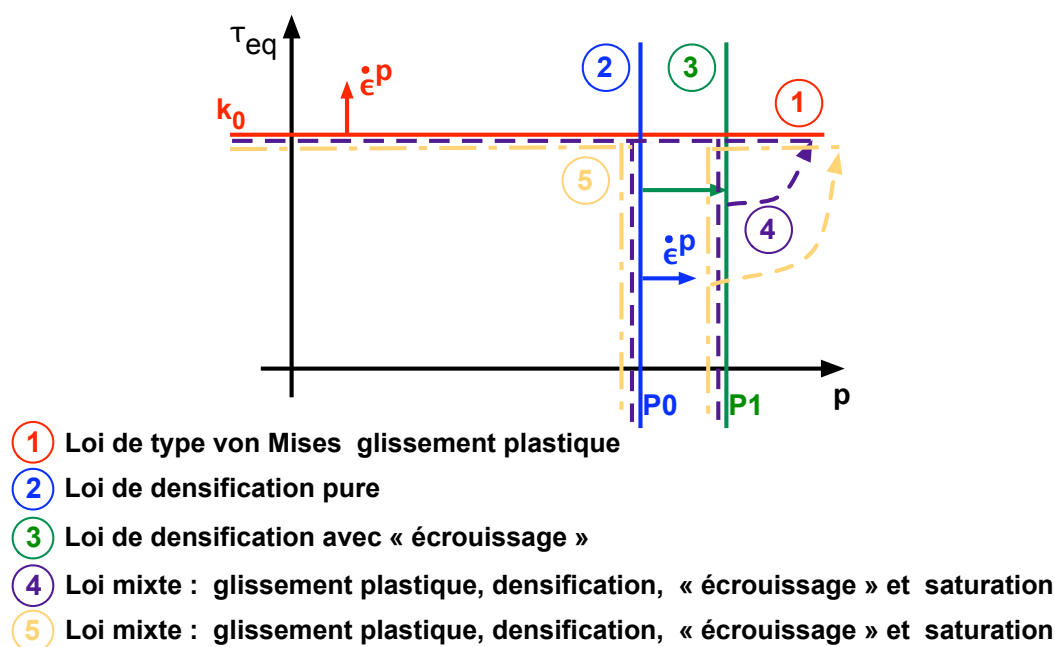


FIGURE 2.5 : Illustration des différentes lois de comportement étudiées.

### 2.1.5 Couplage élasticité-densification

Un autre phénomène observé expérimentalement doit être pris en compte : l'évolution des paramètres élastiques en fonction de la pression appliquée (voir figure 1.14). Comme précédemment une loi continue par morceaux sert à décrire les évolutions du module d'YOUNG et du coefficient de POISSON. Ces évolutions sont principalement visibles pour le verre de silice, elles sont faibles pour le verre à vitre. Les valeurs de  $E$  et de  $\nu$  sont résumées dans le tableau 2.1.

	Verre de silice		Verre à vitre	
	$E$ (MPa)	$\nu$	$E$ (MPa)	$\nu$
$P_0 = 12$ GPa	74,5	0,17	71,5	0,23
$P_1 = 20$ GPa	108,6	0,25	78,4	0,23

TABLE 2.1 : Récapitulatif des valeurs des propriétés élastiques pour le verre de silice et pour le verre à vitre.

Le couplage élasticité - pression est ajouté aux lois écrites en pression (voir annexe 3, partie 4 pour plus détails sur l'écriture du couplage).



## 2.2 Démarche d'implémentation des lois de comportement dans un code de calcul par éléments finis

Afin de simuler un essai d'indentation avec les lois de comportement décrites au § 2.1.3, il est nécessaire de les implanter dans un code de calcul par éléments finis. La démarche est la suivante :

- Écriture des lois de comportement dans le cadre de la thermodynamique des matériaux standard généralisés ;
- Discrétisation temporelle de ces lois et intégration numérique locale (programmation et tests de validation) ;
- Implémentation dans le code de calcul et résolution numérique globale (tests de validation) ;
- Simulation numérique avec les lois implantées.

Nous nous proposons d'illustrer cette démarche sur un seul des modèles retenus : la loi dite ③ avec seuil de densification, « écrouissage » et saturation de la densification. Les autres lois sont décrites dans l'annexe 3.

### 2.2.1 Écriture des lois de comportement

Dans ce paragraphe, nous présentons le modèle ③ (cf. figure 2.4) comme exemple de notre démarche d'écriture de nos lois de comportement.

#### 2.2.1.1 Cadre

Nous nous plaçons sous l'hypothèse des petites perturbations, noté H.P.P., c'est-à-dire que le comportement est isotherme et indépendant du temps physique.

#### 2.2.1.2 Variables thermodynamiques

- Variables observables :  $\underline{\varepsilon}$  la déformation linéarisée telle que

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i}) \text{ où } \underline{u} \text{ est le champ de déplacement}$$

$$(i, j) \in \{1, 2, 3\}^2$$

- Variables internes :

$\underline{\xi}^e$ , la partie élastique des déformations,  
 $\underline{\xi}^p$ , la partie permanente des déformations,  
 $\alpha$ , l'« écrouissage » ;

Ainsi, en H.P.P., nous avons  $\underline{\xi} = \underline{\xi}^e + \underline{\xi}^p$  et  $\alpha = 0$  en l'absence de densification,  $\alpha = 1$  quand la densification sature. En résumé, nous devons vérifier  $0 \leq \alpha \leq 1$ .

$\alpha$  est défini par rapport aux déformations volumiques plastiques, normalisées par le volume initial. Sous l'hypothèse des petites perturbations, nous avons la première des égalités suivantes :

$$tr \underline{\xi}^p = \frac{\Delta V^p}{V_0} = - \frac{\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}}{1 + \frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}} \quad (2.1)$$

### 2.2.1.3 Énergie de déformation élastique

Nous postulons l'existence d'une énergie volumique de déformation élastique convexe,  $w$ , et nous effectuons un découpage entre l'élasticité macroscopique (premier terme lié à  $\xi^e$ ) et le « écrouissage » (second terme lié à  $\alpha$ ).

$$w(\xi, \xi^p, \alpha) = \frac{1}{2}(\xi - \xi^p) : \underset{\sim}{C} : (\xi - \xi^p) + \frac{1}{2} \frac{(P_0 + \alpha(P_1 - P_0))^2}{P_1 - P_0} \quad (2.2)$$

où  $\underset{\sim}{C}$  est le tenseur des rigidités élastiques, isotrope dans notre cas.

### 2.2.1.4 Lois d'état

Les lois d'état relient variables thermodynamiques et forces thermodynamiques via l'énergie de déformation élastique, notée ici  $w$ , fonction des variable d'état et des variables internes. Le tenseur des contraintes de CAUCHY,  $\sigma$  est lié à  $\xi$ ,  $\xi^e$  et  $-\xi^p$ ;  $A$  est lié à  $-\alpha$ , le terme d'écrouissage. On écrit alors :

$$\begin{cases} \sigma = \frac{\partial w}{\partial \xi} = \underset{\sim}{C} : (\xi - \xi^p) \\ A = -\frac{\partial w}{\partial \alpha} = -(P_0 + \alpha(P_1 - P_0)) \end{cases} \quad (2.3)$$

### 2.2.1.5 Surface de charge

La surface de charge,  $f = 0$ , délimite le domaine élastique dans l'espace des forces thermodynamiques  $(\sigma, A)$ . Le critère de limite élastique à seuil retenu est :

$$\begin{aligned} f(\sigma, A) &= -\frac{1}{3}(\text{tr } \sigma) - (-A) \leq 0 \\ \text{soit } f(\sigma, A) &= p + A \leq 0 \end{aligned} \quad (2.4)$$

### 2.2.1.6 Lois d'évolution

Le comportement irréversible s'écrit à partir d'un potentiel de dissipation,  $g$ , convexe, qui donne l'évolution des variables internes (la déformation plastique et l'écrouissage). Dans le cas d'un écoulement normal, ce pseudo potentiel est égal à la fonction de charge,  $f$ . Les lois d'évolution sont formées par la normalité à la fonction de charge dans ce cas.

Les relations sont les suivantes :

$$\begin{cases} g = p + \frac{1}{\gamma} A \\ \dot{\xi}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial g}{\partial \sigma} \\ \dot{\alpha} = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial A} \end{cases} \quad (2.5)$$

La direction de l'écoulement est donnée par  $\frac{\partial g}{\partial \sigma}$ .

$\dot{\lambda}$  est le multiplicateur « plastique », il correspond à l'intensité de l'écoulement et doit respecter les conditions de KUHN et TUCKER, c'est-à-dire vérifier  $\dot{\lambda} \geq 0 \quad f \leq 0 \quad \dot{\lambda} f = 0$  [LEMAÎTRE et CHABOCHE, 1985].

## 2.2.2 Discrétisation temporelle des équations et validation de l'intégration locale

### 2.2.2.1 Discrétisation temporelle des équations

Les équations étant non linéaires, nous avons recours à une intégration numérique temporelle. Pour cela, nous discrétisons le chargement imposé en déformation  $\varepsilon$ . Les champs mécaniques sont supposés connus au pas  $\mathbf{n}$  ( $\sigma_n, \varepsilon_n^e, \varepsilon_n^p, \alpha_n, A_n$ ) et nous cherchons à les connaître au pas  $\mathbf{n} + 1$  tel que  $\varepsilon_{n+1} = \varepsilon_n + \Delta\varepsilon$ .

La méthode de résolution est une méthode de type prédiction élastique / correction plastique ; elle est illustrée sur la figure 2.6.

Nous supposons donc tout d'abord que  $\varepsilon_{n+1}^e = \varepsilon_n^e + \Delta\varepsilon$ , *i.e.* que l'incrément de déformation n'est qu'élastique. La contrainte prédite est alors  $\sigma_{n+1}^* = \tilde{C} : \varepsilon_{n+1}^e$  de pression associée  $p_{n+1}^*$  et  $\alpha_{n+1} = \alpha_n$ .

Si  $f(\sigma_{n+1}^*, A_n) < 0$  alors la prédiction élastique est correcte et les variables sont connues au pas  $\mathbf{n} + 1$ .

Dans le cas contraire, il faut effectuer une correction plastique en utilisant un schéma itératif de type NEWTON-RAPHSON ou RETOUR RADIAL.

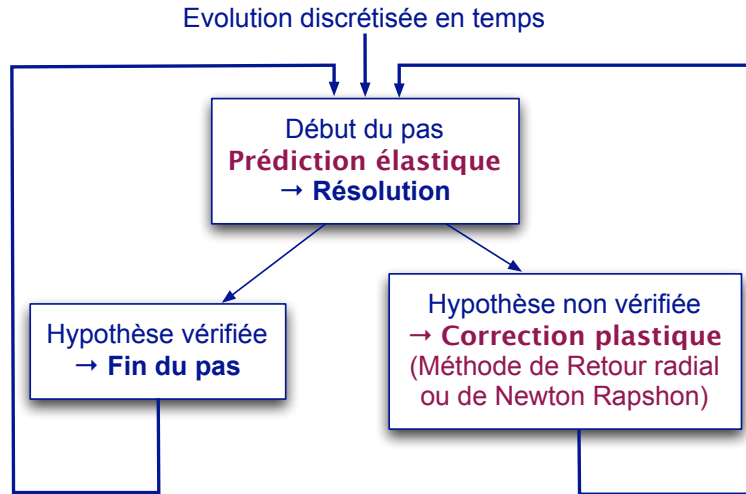


FIGURE 2.6 : Méthode de prédiction correction

Dans le cas de la loi de comportement ③ l'écriture discrète des équations, et de l'algorithme de résolution est décrite ci-après sachant que :

- $\Delta x$  désigne l'incrément de la quantité  $x$  entre les pas  $\mathbf{n}$  et  $\mathbf{n} + 1$  ;
- $\delta x$  désigne l'incrément de la quantité  $x$  au pas  $\mathbf{n} + 1$  entre les itérations  $\mathbf{i}$  et  $\mathbf{i} + 1$ .

## Discrétisation temporelle

$$\left\{ \begin{array}{ll} \varrho_{n+1} & = \tilde{C} : (\varepsilon_{n+1} - \varepsilon_{n+1}^p) \\ & = \varrho_{n+1}^* - \tilde{C} : \Delta \varepsilon^p \\ & = \varrho_{n+1}^* + K \Delta \lambda \dot{\varepsilon} \\ \Delta \varepsilon^p & = \Delta \lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma} \Big|_{n+1} \quad \text{schéma d'intégration implicite pure} \\ & = -\frac{1}{3} \Delta \lambda \dot{\varepsilon} \\ f(\varrho_{n+1}; A_{n+1}) & = p_{n+1}^* - \frac{1}{9} \Delta \lambda \text{tr}(\tilde{C} : \dot{\varepsilon}) + A_{n+1} \leq 0 \\ & = p_{n+1}^* - K \Delta \lambda + A_{n+1} \leq 0 \\ & = p_{n+1}^* + A_n - (K + (P_1 - P_0) \gamma^{-1}) \Delta \lambda \leq 0 \\ A_{n+1} & = -(P_0 + \alpha_{n+1} (P_1 - P_0)) = A_n - \Delta \alpha (P_1 - P_0) \\ \Delta \alpha & = \Delta \lambda \gamma^{-1} \end{array} \right. \quad (2.6)$$

car  $\tilde{C} : \dot{\varepsilon} = 3 K \dot{\varepsilon}$  où  $K$  est le module de compressibilité.

Écriture des résidus au pas  $n+1$ 

Deux résidus suffisent, un pour la contrainte, l'autre pour la fonction de charge. S'ils sont petits, en déterminant  $\Delta \lambda$  nous pouvons en déduire toutes les autres variables au pas  $n+1$ .

$$\left\{ \begin{array}{l} K_\sigma = K_\sigma(\varrho_{n+1}, \Delta \lambda) = \varrho_{n+1} - \varrho_{n+1}^* - K \Delta \lambda \dot{\varepsilon} \\ K_f = f = K_f(\Delta \lambda) = p_{n+1}^* + A_n - (K + (P_1 - P_0) \gamma^{-1}) \Delta \lambda \end{array} \right. \quad (2.7)$$

Correction plastique au pas  $n+1$  entre itérations  $i$  et  $i + 1$ 

La méthode de NEWTON-RAPHSON nous permet d'écrire les résidus suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} K_\sigma^{n+1,i+1} = K_\sigma^{n+1,i} + \left[ \frac{\partial K_\sigma^{n+1}}{\partial \sigma} \right]_i : \delta \sigma + \left[ \frac{\partial K_\sigma^{n+1}}{\partial \Delta \lambda} \right]_i \times \delta \Delta \lambda \\ K_f^{n+1,i+1} = K_f^{n+1,i} + \left[ \frac{\partial K_f^{n+1}}{\partial \Delta \lambda} \right]_i \times \delta \Delta \lambda \end{array} \right. \quad (2.8)$$

Nous cherchons à annuler les résidus  $K_\sigma$  et  $K_f$  à l'itération  $i + 1$ .

$$\left\{ \begin{array}{l} \delta \sigma - K \delta \Delta \lambda \dot{\varepsilon} = -K_\sigma^{n+1,i} \\ (K + (P_1 - P_0) \gamma^{-1}) \delta \Delta \lambda = K_f^{n+1,i} \end{array} \right. \quad (2.9)$$

Ces équations sont ensuite écrites en terme de pression.

$$\left\{ \begin{array}{l} \delta p + K \delta \Delta \lambda = \frac{1}{3} \text{tr} K_\sigma^{n+1,i} \\ (K + (P_1 - P_0) \gamma^{-1}) \delta \Delta \lambda = K_f^{n+1,i} \end{array} \right. \quad (2.10)$$

Correction plastique au pas  $n+1$  entre itérations  $i$  et  $i + 1$  : résolution

La résolution est aisée car le système linéaire obtenu est un système d'équations scalaires.

$$\begin{cases} \delta\Delta\lambda = \frac{K_f^{n+1,i}}{K + (P_1 - P_0)\gamma^{-1}} \\ \delta p = \frac{1}{3} \text{tr} \tilde{K}_\sigma^{n+1,i} - \frac{K}{K + (P_1 - P_0)\gamma^{-1}} K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (2.11)$$

Nous obtenons enfin les incréments cherchés :

$$\begin{cases} \Delta\lambda^{i+1} = \Delta\lambda^i + \delta\Delta\lambda \\ p_{n+1}^{i+1} = p_{n+1}^i + \delta p \end{cases} \quad (2.12)$$

Nous recalculons les champs mécaniques au pas  $n + 1$ , à l'itération  $i + 1$ .

Si  $f(\mathcal{E}_{n+1}^{i+1}, A_{n+1}^{i+1}) < \text{TOL}$  où  $\text{TOL}$  est un nombre petit ( $10^{-6}$  dans notre cas), l'algorithme a convergé et on peut supprimer l'exposant  $i + 1$ .

Sinon,  $i \leftarrow i + 1$  et le processus est réitéré jusqu'à converger.

### 2.2.2.2 Validation de l'intégration locale

Ces équations sont alors codées, en langage FORTRAN 77. La loi de comportement voulue est créée ; il reste à la tester, c'est-à-dire à vérifier que le résultat obtenu est bien celui attendu grâce à une première série de tests exécutée sur le VER, (Volume Élémentaire Représentatif). Le VER correspond à un petit volume décrivant le comportement global du matériau, ses propriétés sont indépendantes de sa situation dans le matériau (milieu homogène isotrope). Il permet de tester et de valider la loi écrite grâce à différents chargements ; les réponses (déformations plastiques et contraintes) obtenues sont comparées à celles prévues par cette loi de comportement.

Les cas de chargement suivants sont testés :

- Pression hydrostatique ;
- Traction - Compression uni-axiale ;
- Cisaillement pur ;
- Cisaillement et pression.

Nous représentons ici les résultats du premier cas de chargement, soit un chargement de pression hydrostatique avec un pilotage en déformation.

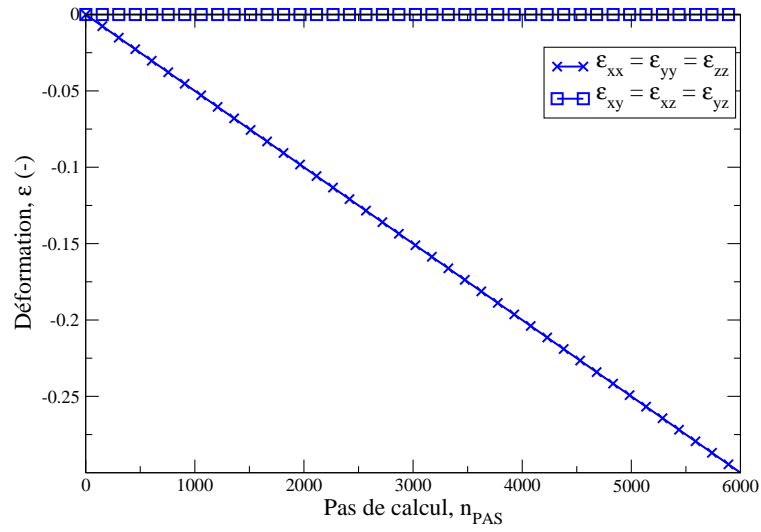


FIGURE 2.7 : Pilotage en déformation pour une compression hydrostatique sur le VER.

Les réponses sont tracées en fonction de  $-\Delta V/V_0$ , et on représente la trace de la déformation plastique et la pression : les termes diagonaux sont identiques et sont les seuls éléments non nuls des tenseurs.

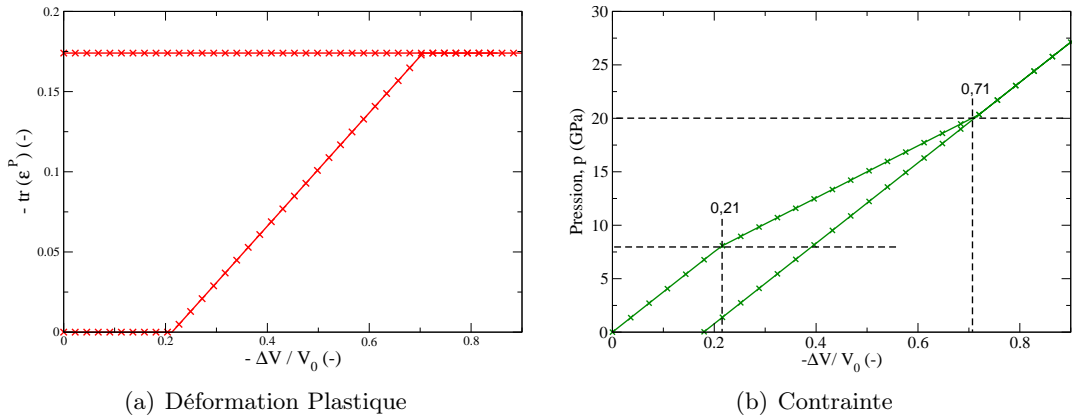


FIGURE 2.8 : Réponses plastiques pour une compression hydrostatique sur le VER.

A l'aide des évolutions des déformations plastiques et des contraintes pour chaque chargement et chaque loi, on vérifie que les résultats obtenus sont ceux attendus :

- Pour la loi ①, loi de glissement plastique : plastification uniquement en présence de cisaillement.
- Pour les lois ② et ③, loi de densification avec ou sans « écouissage » : plastification avec un chargement de pression ou de compression ainsi qu'une évolution de la plasticité entre 8 et 20 GPa pour la loi ③.
- Les différentes déformations de glissement plastique ou de densification quand les lois sont plus complexes.

## 2.2.3 Implémentation dans un code de calcul par éléments finis

### 2.2.3.1 Démarche

La nouvelle loi de comportement écrite doit alors être intégrée au logiciel de calcul par éléments finis, CAST3M. CAST3M est un code de calcul développé par le Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) disponible sur le site [www-cast3m.cea.fr](http://www-cast3m.cea.fr).

Il faut alors créer une interface entre l'intégration locale et CAST3M afin que le code puisse venir lire notre loi, le rôle de cette interface est illustrée sur la figure 2.9.



FIGURE 2.9 : Interface entre Intégration locale et Intégration globale pour l'implémentation de nos lois de comportement.

Une fois l'interface créée, reste à modifier les fichiers sources de CAST3M pour y définir les différents appels et procédures nécessaires à cette nouvelle loi de comportement, à les compiler et à lier le tout à l'exécutable existant. Ainsi, un nouvel exécutable, local, est créé. Pour plus de détails se référer à la documentation CAST3M [KICHENIN et CHARRAS, 2003].

### 2.2.3.2 Validation de l'implémentation

Dans un premier temps on s'assure que le modèle est bien implanté sous CAST3M, puis dans un second temps que les résultats obtenus sont identiques à ceux issus du calcul sur le VER. On prend pour cela un élément de volume simple, pour se rapprocher du VER, soit un cube à 8 nœuds.

Pour des raisons de symétrie, on modélise  $\frac{1}{8}$ <sup>e</sup> de cube composé d'un seul élément de type cubique à huit nœuds ou CUB8 sous CAST3M, dont chaque segment est de longueur unitaire. On fera référence à cette géométrie et à ce maillage en parlant du CUB8.

Les axes de symétrie sont les droites l12, l15 et l41 comme illustré sur la figure 2.10.

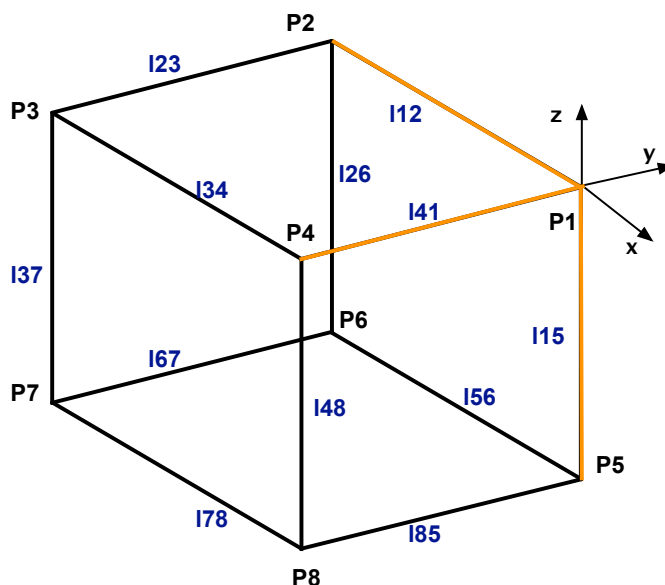


FIGURE 2.10 : Géométrie du cube à 8 nœuds, noté CUB8 et illustration des blocages (droites oranges).

Le chargement se fait de façon homogène pour s'approcher des essais sur le VER. Les mêmes chargements que ceux réalisés sur le VER sont testés ici, à savoir : un essai de compression hydrostatique, un essai de cisaillement simple, un essai de traction et de compression uniaxiale, un essai mixte (compression hydrostatique et cisaillement). Les résultats en terme de déformée sont illustrés sur la figure 2.11. Cette série de calculs permet de valider l'implémentation de la loi de comportement sous CAST3M avant de passer à des calculs plus complexes (géométrie, conditions aux limites...) d'indentation.



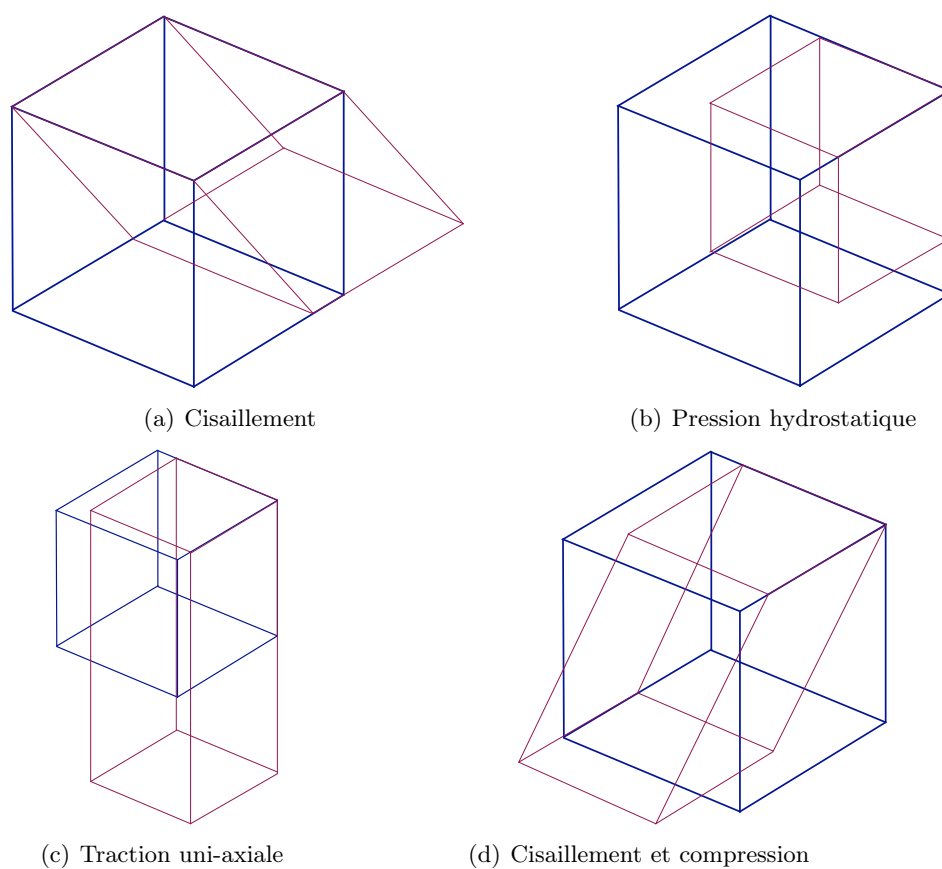


FIGURE 2.11 : Illustration des différents chargements réalisés sur le CUB8 afin de valider l'implémentation du modèle de comportement ; la configuration initiale est en bleu, la déformée en rouge.

## 2.2.4 Simulation numérique des expériences sur le verre

Dans ce paragraphe, nous allons effectuer la simulation numérique des expériences présentées au chapitre 1, que sont la compression hydrostatique et l'indentation.

- La compression hydrostatique sera simulée uniquement pour le modèle ③, avec couplage élasticité-densification ;
- L'indentation conique de révolution (voir maillage et conditions aux limites sur la figure 1.29) sera simulée pour étudier l'influence des différents modèles, présentés au §2.1.3, sur la courbe force-déplacement, le profil de l'empreinte résiduelle, la géométrie de la zone densifiée et les volumes densifiés. Ces résultats seront comparés aux expériences de micro-indentation VICKERS pour ce qui est de la courbe force-déplacement (identique à celle du cône d'ouverture  $140,6^\circ$ ) et des volumes densifiés.
- Pour simuler complètement l'essai pyramidal VICKERS et pouvoir comparer tous les résultats précédemment cités, des simulations tridimensionnelles seront finalement menées

## 2.3 Calculs par éléments finis et résultats

### 2.3.1 Compression hydrostatique : influence du couplage élasticité-densification

La loi de densification avec écrouissage et saturation (loi ③ sur la figure 2.5) a dans un premier temps été écrite sans tenir compte de l'évolution des paramètres élastiques suivant la pression appliquée puis dans un second temps, en en tenant compte. Le couplage ainsi obtenu est illustré lors d'un essai de compression hydrostatique où tous les phénomènes écrits peuvent être observés. L'évolution de la pression en fonction de la variation de volume est illustrée sur la figure 2.12.

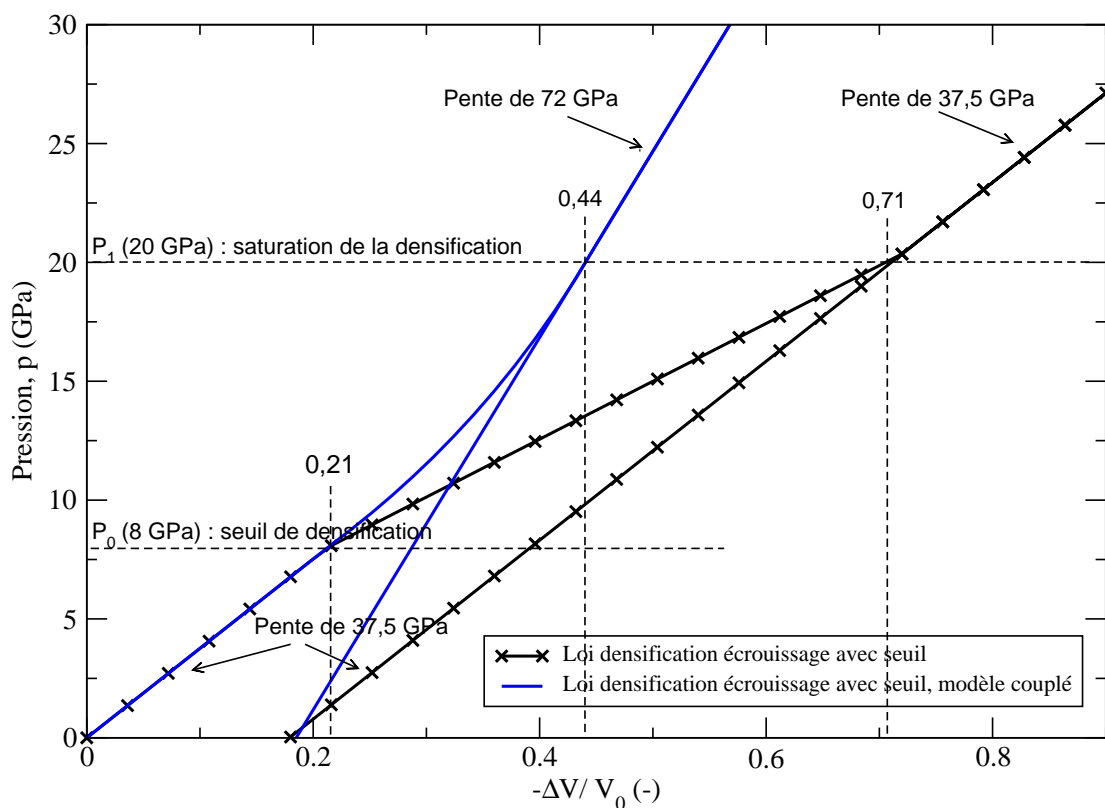


FIGURE 2.12 : Influence du couplage élasticité-densification sur la loi ③ pour un essai de compression hydrostatique, sur le verre de silice.

Les données d'évolution se retrouvent sur la figure :

- Avant 8 GPa, nous avons le même comportement élastique pour les 2 modèles avec un module de compressibilité (la pente de la droite) de 37,5 GPa correspondant à un module d'YOUNG de 74,5 GPa et un coefficient de POISSON de 0,17.
- Entre 8 et 20 GPa, on constate une évolution : changement de pente dans le cas non couplé et évolution non linéaire dans le cas du modèle couplé.
- Après 20 GPa, soit à la saturation de la densification, les comportements redeviennent purement élastiques avec la même pente qu'initialement pour le modèle non couplé et avec une pente de 72 GPa correspondant à un module d'YOUNG de 108 GPa et un coefficient de Poisson de 0,25 pour le modèle couplé.

De ce graphique, on remarque qu'avec un pilotage en déformation, le modèle couplé sature beaucoup plus rapidement que le modèle non couplé, du fait de l'augmentation de la rigidité pendant la densification. La saturation apparaît pour 44 % de variation de volume avec un couplage élasto-densification contre 71 % dans le cas sans couplage. Ces niveaux de déformation montrent qu'en toute rigueur, l'hypothèse des petites perturbations n'est pas justifiée. Il conviendrait d'effectuer une modélisation en transformations finies.

Dans le cas du verre à vitre, l'apport du couplage est faible. En effet seul le module d'YOUNG augmente et uniquement de 9 %, le coefficient de POISSON reste lui constant. On passe d'une déformation de 51 % à une déformation de 47 % à la saturation de la densification. Ces résultats sont illustrés sur la figure 2.13.

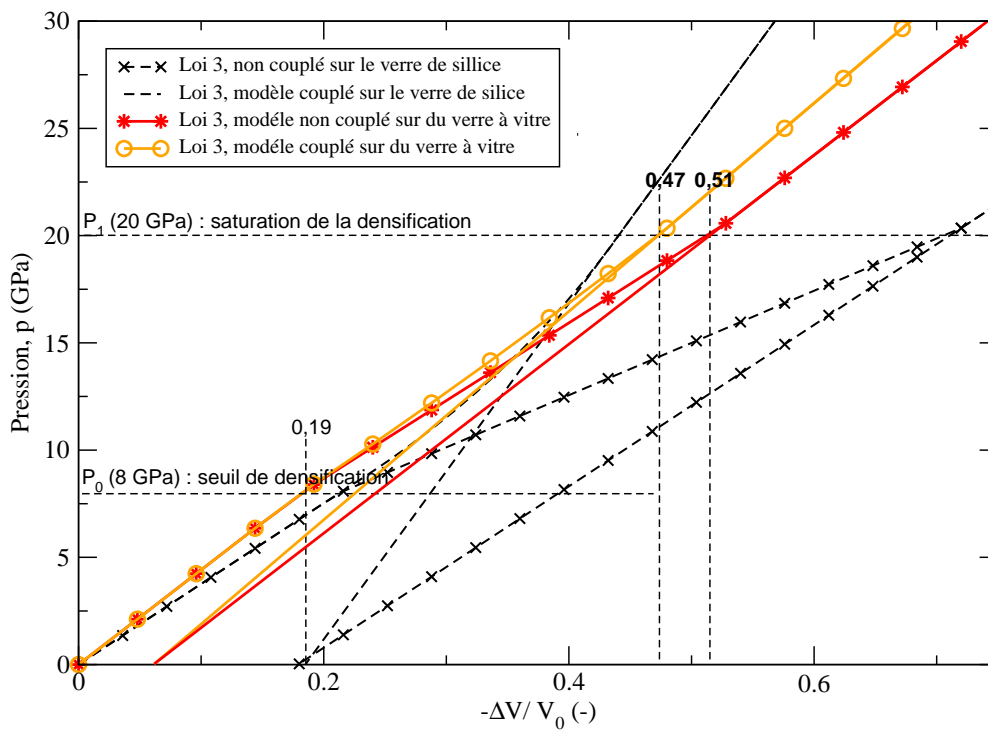


FIGURE 2.13 : Influence du couplage élasticité-densification sur la loi ③ pour un essai de compression hydrostatique, sur le verre à vitre.

### 2.3.2 Premières simulations

Dans cette partie nous allons regarder chacun de nos modèles pour déterminer l'influence de chacun des paramètres à l'aide de la courbe force-déplacement, des profils résiduels des empreintes, de la géométrie de la zone de densification et des volumes densifiés.

#### 2.3.2.1 Loi de comportement de type VON MISES

Afin de connaître la limite élastique en cisaillement du verre, nécessaire à des modèles complets, nous avons identifié cette limite à partir d'un essai d'indentation VICKERS à 250 mN (charge choisie pour limiter la fissuration des verres) en prenant une loi de type VON MISES, notée loi ① sur la figure 2.5. L'identification se fait par rapport à la courbe force-déplacement et aux profils d'empreinte rémanente. Les limites trouvées sont de :

- 2 GPa pour le verre de silice
- 1,75 GPa pour le verre à vitre

Les résultats sur la courbe force-déplacement (figure 2.14) et sur les profils d'empreinte (figure 2.15 pour l'arête et pour la face) sont illustrés dans le cas du verre de silice, sachant que des résultats similaires sont obtenus pour le verre à vitre.

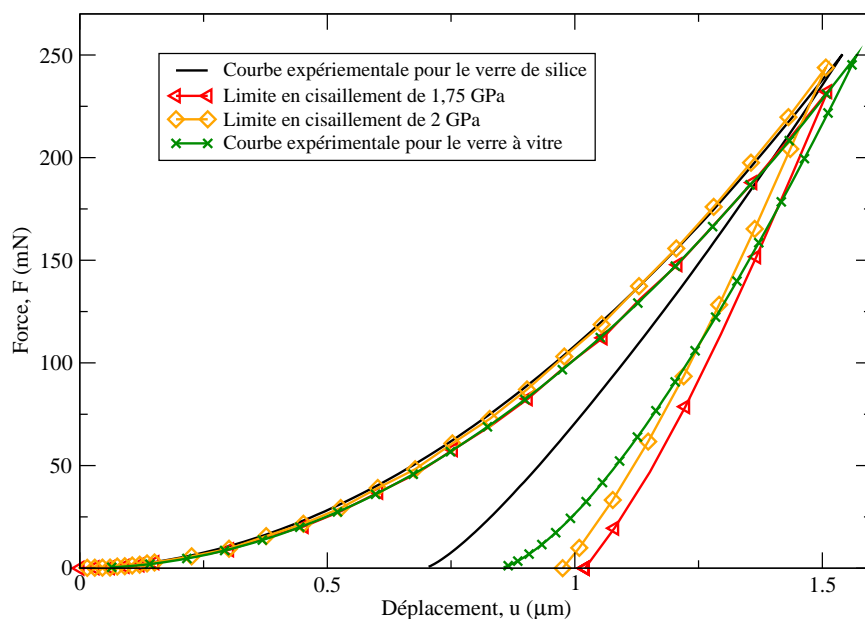


FIGURE 2.14 : Courbe force-déplacement - Recherche de la limite élastique en cisaillement pour le verre de silice lors d'une indentation VICKERS à 250 mN.

Il apparaît qu'avec cette loi en glissement, nous parvenons à décrire très bien la charge mais moins bien la décharge : la pente  $y$  est trop forte et la profondeur finale de l'empreinte supérieure à celle mesurée expérimentalement. Néanmoins cette description de la courbe de charge-décharge est plutôt bonne. Dans certains cas (matériau et charge), nous parvenons également à décrire la décharge précisément, notamment avec des charges plus fortes.

ZENG [1995] arrive avec ce modèle à décrire complètement la courbe force-déplacement pour un verre à vitre lors d'une indentation VICKERS à 40 N. Or si le verre à vitre ne fissure pas à 50 mN, ce n'est plus le cas à 40 N. La présence de fissures perturbe la réponse globale du matériau en dissipant de l'énergie : la décharge sera plus raide. Ces fissures peuvent expliquer pourquoi, sous des charges élevées, on parvient à faire coïncider les courbes numériques et expérimentales.

Toutefois, les valeurs que nous avons trouvées sont cohérentes par rapport à la littérature. En effet, connaissant les propriétés élastique d'un matériau, on lie habituellement limite élastique en traction,  $Y$ , et dureté,  $H$ , par  $H = 3Y$ , ce qui permet de connaître la limite élastique en cisaillement,  $k_0$ . Avec cette approximation,  $k_0$  vaut 1,8 GPa pour le verre à vitre et 2,2 GPa pour le verre de silice, soit quasiment les valeurs que nous avons retrouvées ici. Ce raisonnement permet de décrire la courbe de charge, mais pas celle de décharge, comme nous l'avons nous même observé.

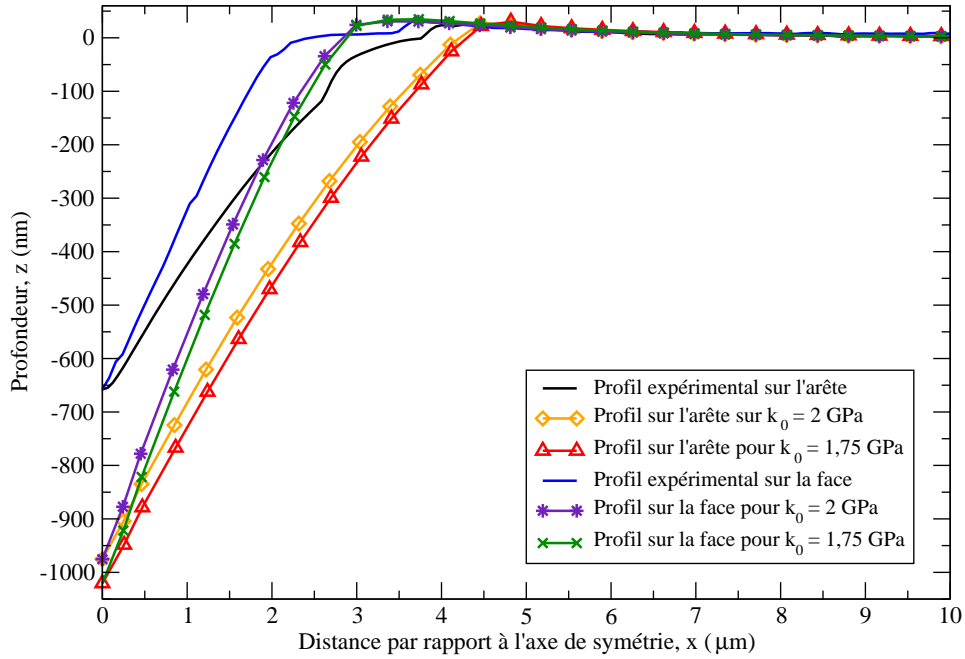


FIGURE 2.15 : Comparaison entre une courbe expérimentale et un modèle de type von Mises sur les empreintes suivant les arêtes, dans le cas du verre de silice pour une charge de 250 mN.

Pour conclure cette partie, soulignons que si nous retrouvons le comportement du matériau avec une loi de comportement à un paramètre plastique, les mécanismes mis en jeu avec ce modèle de comportement n'ont rien à voir avec ceux de la densification.

### 2.3.2.2 Loi de densification avec écrouissage et saturation

La loi dite ③ d'après la figure 2.5, loi de densification avec seuil, écrouissage linéaire et saturation nous permet de nous assurer de la convergence du maillage, de vérifier la robustesse de notre méthode de calcul du volume densifié ainsi que de quantifier le rôle du frottement. Ces validations sont faites avec le verre de silice. En effet, ce verre densifiant plus que le verre à vitre, le phénomène qui nous intéresse est alors plus important. Nous allons donc dans cette partie commencer par choisir un maillage, puis examiner l'influence du frottement et enfin voir l'importance du couplage élasticité-densification.

#### Étude préliminaire : Choix du maillage

Le premier maillage adopté (voir paragraphe 1.3.5.1) se déforme trop avec cette loi de comportement en pression pour donner des résultats cohérents. La figure 2.16 montre les mailles sous l'indenteur écrasées les unes sur les autres, ce qui n'était pas le cas avec un modèle de comportement de type VON MISES.

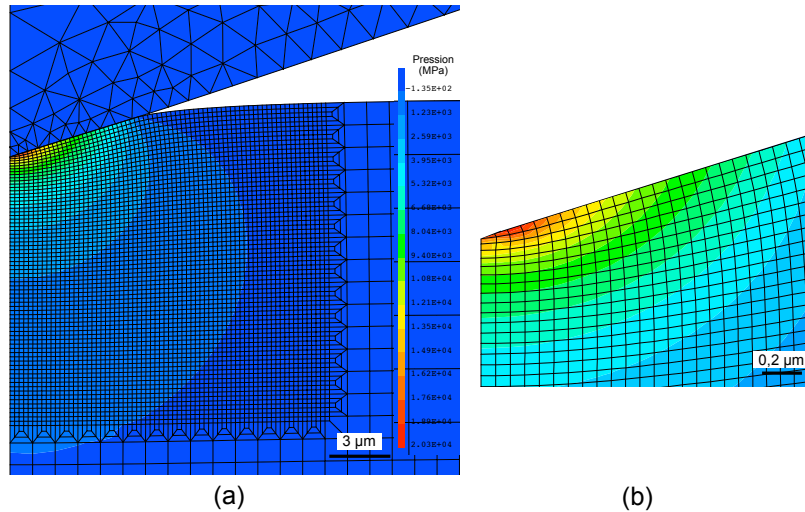


FIGURE 2.16 : Choix du maillage : premier essai avec des éléments carrés - Répartition de la pression sous charge (a) et agrandissement au niveau du contact (b).

Un maillage avec des mailles carrées engendre une déformation des éléments trop importante. Le phénomène que nous voulons observer est très local : il nous faut donc un maillage fin sous l'indenteur mais qui ne déforme pas trop les mailles en question. À partir de ces remarques, un maillage avec des mailles rectangulaires dans la zone fine a été construit. Dans le maillage adopté, le ratio largeur-hauteur des éléments est fixé à dix.

En effet, ces déformations n'apparaissent que pour un comportement sans glissement plastique. Dès que le glissement est autorisé, elles disparaissent. Ce problème a déjà été rencontré dans la littérature et un maillage similaire a été également adopté [KERMOUCHE *et al.*, 2008].

Pour choisir la discrétisation de la zone indentée, nous devons avoir une convergence sur différents éléments :

- la courbe force - déplacement,
- le profil de l'empreinte,
- le volume densifié.

Le maillage choisi est suffisamment fin pour capter correctement le phénomène. Les mailles ne sont pas trop déformées et le volume densifié (zone telle que  $\text{tr}(\underline{\varepsilon}^p) < 0$ ) est bien

observé : plusieurs mailles tant horizontalement que verticalement sont densifiées comme montré sur la figure 2.17. Ce maillage comporte 15 226 éléments dont 13 020 pour le massif.

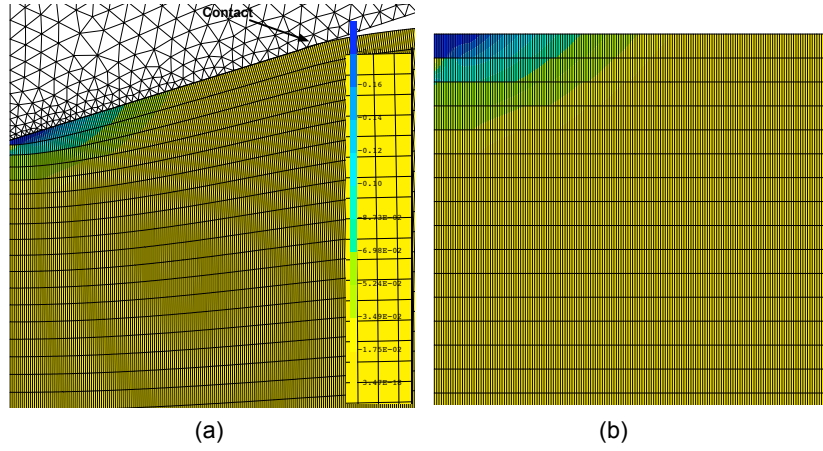


FIGURE 2.17 : Choix du maillage : maillage adopté avec des éléments rectangulaires (facteur de forme de 10) - Répartition de la densification à charge maximale (a) et sur le maillage non déformé (b).

### Rôle du frottement

Le but final de ce travail est de comparer des résultats obtenus par simulations numériques avec des résultats obtenus expérimentalement où le frottement peut jouer un rôle. Il nous faut donc étudier son influence sur nos résultats<sup>1</sup>.

Nous avons donc comparé les solutions sans frottement, avec un coefficient de frottement de 0,1 et avec un coefficient de frottement de 0,5.

Il apparaît que le frottement influe peu sur la courbe force-déplacement (figure 2.18 (a)), légèrement le profil (figure 2.18 (b)) et nettement le volume densifié (figure 2.19). Avec un tel modèle, on obtient une empreinte résiduelle de profondeur de  $0,05 \mu\text{m}$  contre  $0,6 \mu\text{m}$  expérimentalement : nous sommes de plus de dix fois inférieur ! Notre modèle ne rend pas compte de la réalité, il est à compléter.

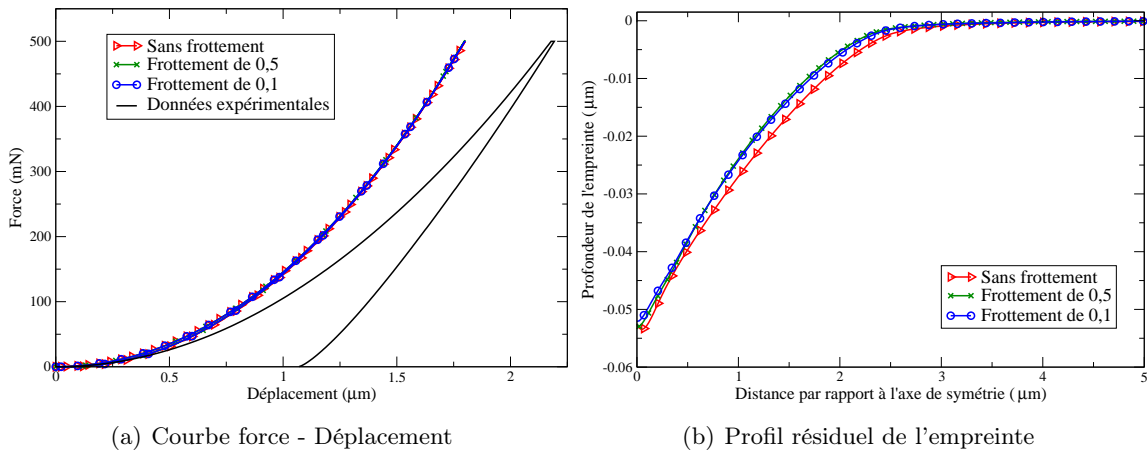


FIGURE 2.18 : Influence du frottement lors d'une indentation conique à 500 MPa sur le verre de silice avec un modèle de densification, écoulement et saturation, noté loi ③.

1. Le frottement choisi est un frottement de Coulomb dont on fixe le coefficient  $\mu$ .

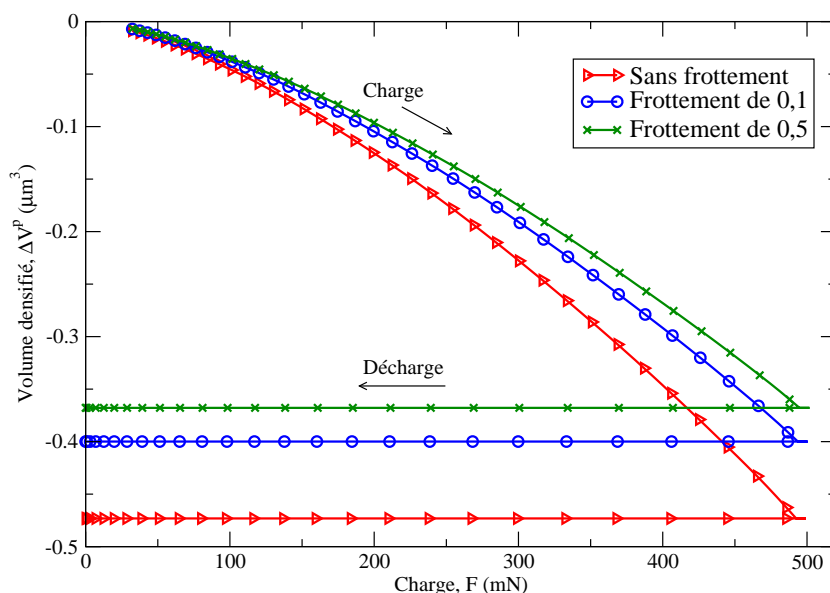


FIGURE 2.19 : Évolution du volume densifié lors d'une indentation conique à 500 MPa en fonction du coefficient de frottement sur le verre de silice avec un modèle de densification, noté loi ③.

Les résultats de ces simulations montrent que si le frottement a une influence sur les empreintes, la valeur choisie pour le coefficient de frottement n'a qu'une influence du second ordre. Les volumes densifiés, sensibles eux au frottement et à sa valeur, sont résumés dans le tableau 2.2. Il en ressort que le frottement diminue les volumes densifiés.

	Volume de la zone densifiée $V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )	Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )
Sans frottement	16,5	0,47
Frottement de 0,1	15,1	0,39
Frottement de 0,5	13,8	0,36

TABLE 2.2 : Volume densifié suivant le frottement pour une loi ③ sur le verre de silice.

Les figures 2.20 et 2.21 montrent que le frottement diminue peu la taille de la zone densifiée,  $V_0$ , mais qu'il diminue les zones de forte densité. Sur ces figures, la frontière de la zone finement maillée, soit un carré de  $5,53 \mu\text{m}$  de côté, est représenté afin d'évaluer la taille de la zone densifiée. Cette zone est petite par rapport à la zone finement maillée, dont les dimensions sont fixées par la profondeur d'indentation, et d'autant plus petite par rapport à la taille du massif.

**La densification seule**, avec saturation, donne une réponse quasi purement élastique comme le montre la courbe force-déplacement de la figure 2.18, très différente des observations expérimentales. À ce stade, il apparaît déjà qu'une déformation ayant pour seul moteur la pression n'est pas seule responsable des déformations observées. Reste à étudier le rôle du couplage élasticité-densification et celui du couplage densification-glisement.



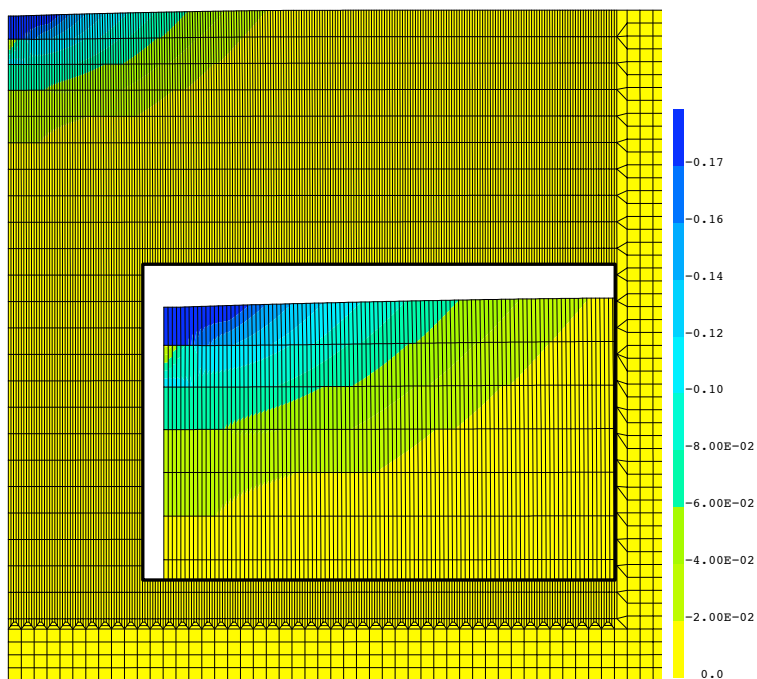


FIGURE 2.20 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après un chargement à 500 mN sur le verre de silice sur la déformée - Loi de densification avec écrouissage et saturation, loi ③, sans frottement (zone finement maillée de  $5,53 \mu\text{m}$  de longueur).

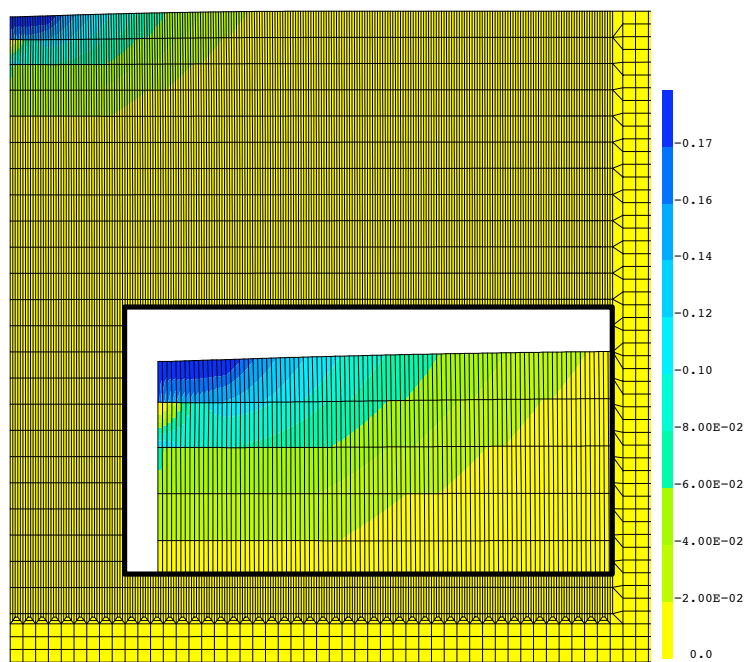


FIGURE 2.21 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après un chargement à 500 mN sur le verre de silice sur la déformée - Loi de densification avec écrouissage et saturation avec un coefficient de frottement de 0,5 (zone finement maillée de  $5,53 \mu\text{m}$  de longueur).

### 2.3.2.3 Loi de densification avec écrouissage et saturation, et couplage élasticité densification

La même étude que celle qui vient d'être présentée au §2.3.2.2 a été réalisée en tenant compte du couplage élasticité-densification observé expérimentalement. Ce phénomène, à l'instar du frottement, ne modifie pas la courbe force-déplacement : celle obtenue dans ce cas est identique à celle de la figure 2.18. L'empreinte résiduelle (figure 2.22) et le volume densifié (figure 2.23) sont eux, fortement sensibles au couplage.

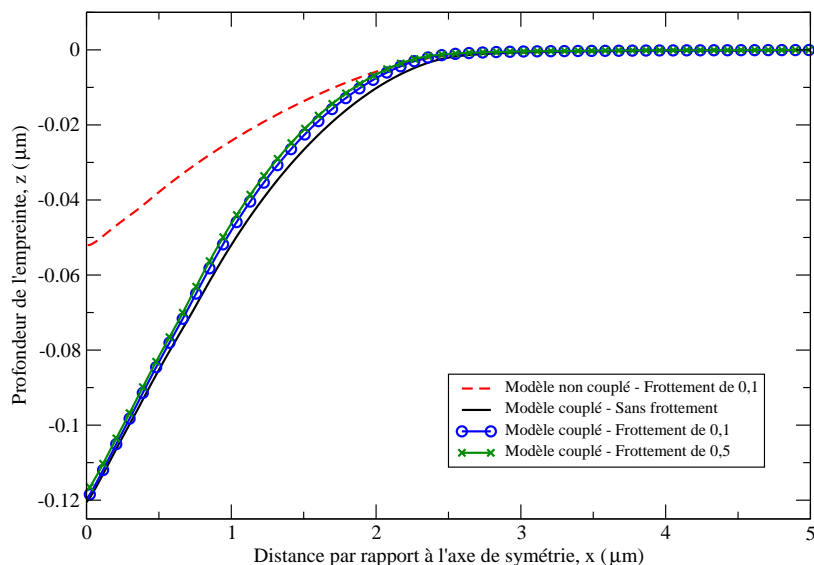


FIGURE 2.22 : Évolution de l'empreinte lors d'une indentation conique à 500 mN sur le verre de silice avec un couplage élasticité-densification dans la loi ③, suivant le coefficient de frottement appliqué.

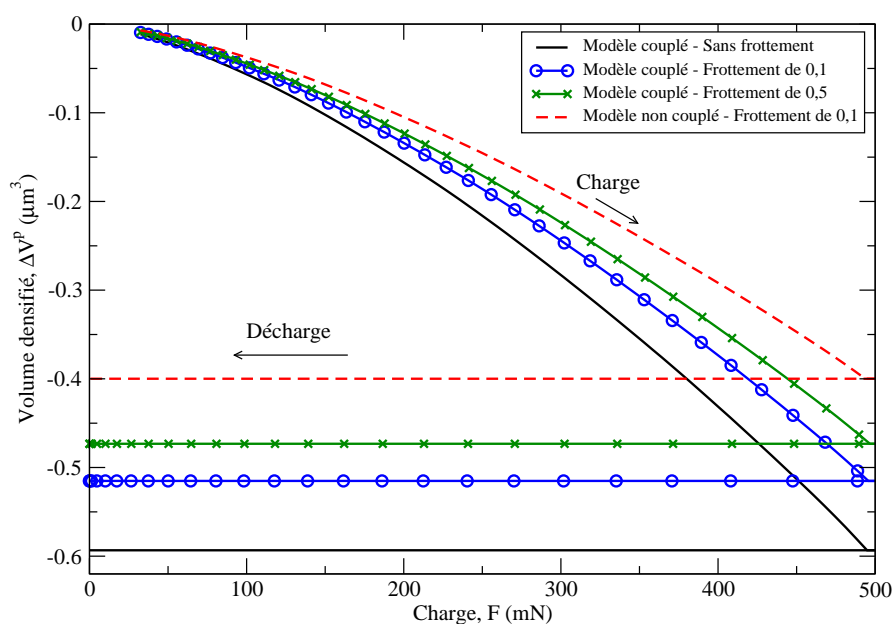


FIGURE 2.23 : Évolution du volume densifié lors d'une indentation conique à 500 mN sur le verre de silice avec un couplage élasticité-densification dans la loi ③, suivant le coefficient de frottement appliqué.

Les résultats de ces simulations sont résumés dans le tableau 2.3.

	Modèle non couplé	Modèle couplé
	Volume de la zone densifiée, $V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )	
Sans frottement	16,5	15,8
0,1	15,0	14,3
0,5	13,8	13,2
	Volume densifié, $\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )	
Sans frottement	0,47	0,59
0,1	0,39	0,51
0,5	0,36	0,47
	Profondeur de l'empreinte résiduelle, $h_f$ ( $\mu\text{m}$ )	
Quelque soit le frottement	0,05	0,12

TABLE 2.3 : Influence du couplage élasticité-densification sur la densification et la profondeur de l'empreinte résiduelle pour une loi ③ sur le verre de silice.

De ces calculs, il ressort que le couplage :

- modifie peu le volume de la zone densifiée,  $V_0$ , en le diminuant ;
- augmente la profondeur d'empreinte résiduelle d'un facteur 2,4 ;
- augmente les volumes densifiés,  $\Delta V^p$ , d'un peu plus de 25 %.

Les figures 2.24 et 2.25 montrent que le couplage élasticité-densification a peu d'influence sur la forme de la zone densifiée, par contre il agrandit la zone où la densification sature permettant ainsi d'avoir un volume total densifié plus grand.

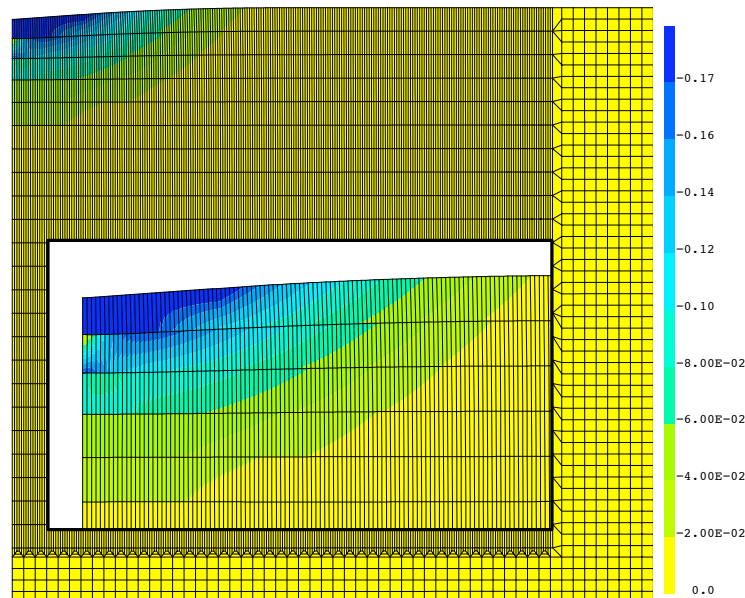


FIGURE 2.24 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après un chargement à 500 mN - Loi de densification avec écrouissage et saturation, loi ③, modèle couplé sans frottement pour le verre de silice.

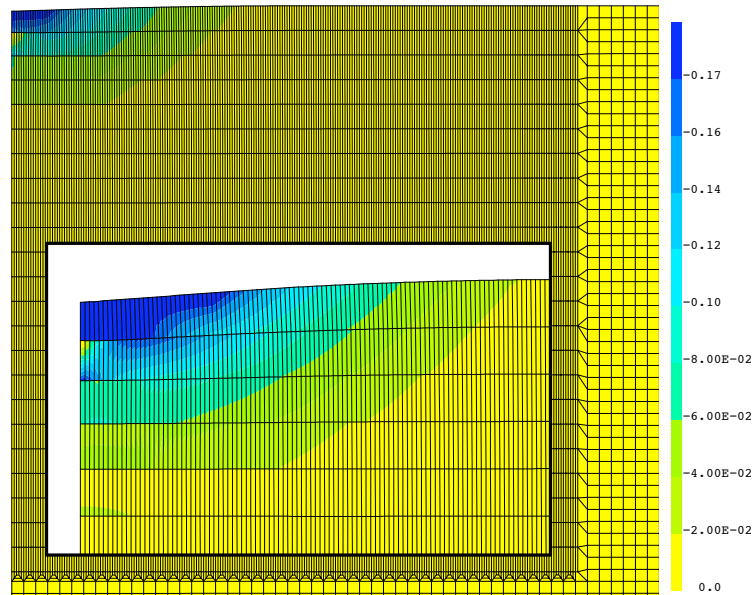


FIGURE 2.25 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après un chargement à 500 mN - Loi de densification avec écrouissage et saturation, loi ③, modèle couplé avec un frottement de 0,5 pour le verre de silice.

En résumé, **le couplage** permet de mieux rendre compte des déformations observées : une empreinte se forme et le volume densifié augmente notablement. Notre description du phénomène de déformation irréversible avec changement de volume est meilleure, mais encore loin des observations expérimentales. L'empreinte simulée est environ 5 fois moins profonde qu'elle ne l'est expérimentalement et il existe un rapport de dix entre le volume densifié prédit par cette loi et celui mesuré expérimentalement.

Il nous reste à prendre en compte le cisaillement pour compléter ces modèles. La limite en cisaillement n'étant pas connue, ce paramètre va nous servir à approcher les données expérimentales.

### 2.3.2.4 Prise en compte du cisaillement

Toujours dans l'idée de découpler au maximum le glissement plastique et la densification, deux assemblages différents de ces comportements sont regardés. Ce sont les comportements ④ et ⑤ de la figure 2.5. Les lois sont décrites ci-dessous et illustrées plus en détail sur la figure 2.26 :

- une première loi où les deux mécaniques physiques (le glissement plastique et la densification) peuvent être activer ensemble. On note cette loi : **loi ④**.
- une seconde loi où l'on autorise le glissement plastique pour une pression négative et à la fin de l'écroutissage, soit pour  $\alpha = 1$  et ce quelque soit la pression. On note cette loi : **loi ⑤**.

Ainsi le rôle du glissement sur la densification puis sur le couplage élasticité-densification peut être examiné. En effet, aucune donnée issue des expériences ne permet d'estimer le couplage ou l'interaction des ces phénomènes. Nous procédons alors à des essais pour l'estimer.

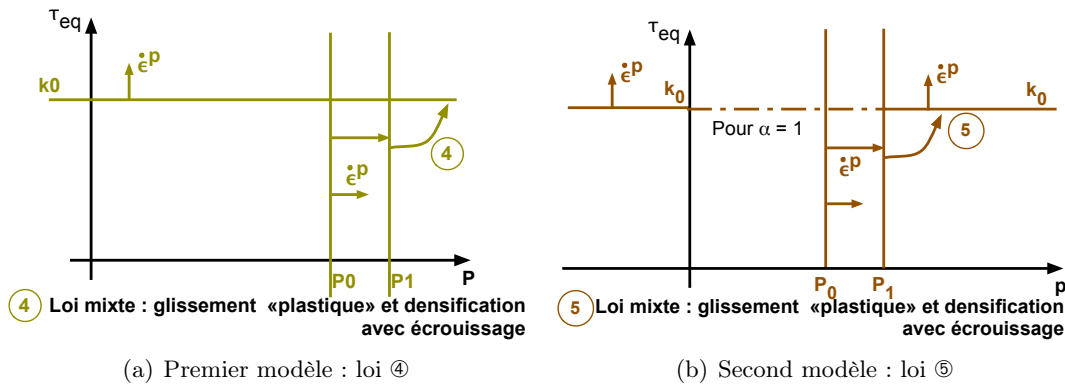


FIGURE 2.26 : Choix de l'écroutissage pour les lois de comportement mixte : glissement plastique et densification avec écroutissage.

### Rôle du cisaillement, premier modèle

Les premières simulations par éléments finis d'une indentation conique, utilisent la loi ④, sans évolution des propriétés élastiques au cours de la charge ; elles mettent en avant trois éléments importants :

- Le premier est que le glissement commence beaucoup plus tôt que la densification. Le volume densifié total est inférieur à celui calculé auparavant.
- Le second est qu'en ajoutant du frottement, on « récupère » une partie de la densification, mais pas sa totalité. Par la suite, les calculs présentés sont réalisés avec un coefficient de frottement de 0,1 car nous avons montré que si le frottement influence les résultats, la valeur du coefficient de frottement n'a qu'un rôle secondaire.
- Le troisième est que la limite en cisaillement,  $k_0$ , trouvée avec une loi de type VON MISES seule (cf. paragraphe 2.3.2.1) est identique à celle que l'on retrouve en faisant le même travail de recalage par rapport à la courbe force-déplacement avec le modèle densification, écroutissage, saturation et glissement plastique. La décharge est ici mieux décrite qu'avec le modèle de VON MISES seul. Notons que la courbe numérique avec  $k_0$  est légèrement différente de celle obtenue au §2.3.2.1 : il s'agit ici d'une indentation avec un cône équivalent pour une charge de 500 mN, alors que le premier recalage a été fait à partir de simulations d'indentation VICKERS. De plus, l'écart augmente après 250 mN, charge qui a servi au recalage (cf. figure 2.27).

D'une façon générale, la valeur de la limite en cisaillement joue un grand rôle ici, sur la courbe force-déplacement (figure 2.27), sur le profil d'empreinte résiduelle (figure 2.28) et sur le volume densifié ( $V_0$  et  $\Delta V^p$ ). Les résultats sont résumés dans le tableau 2.4.

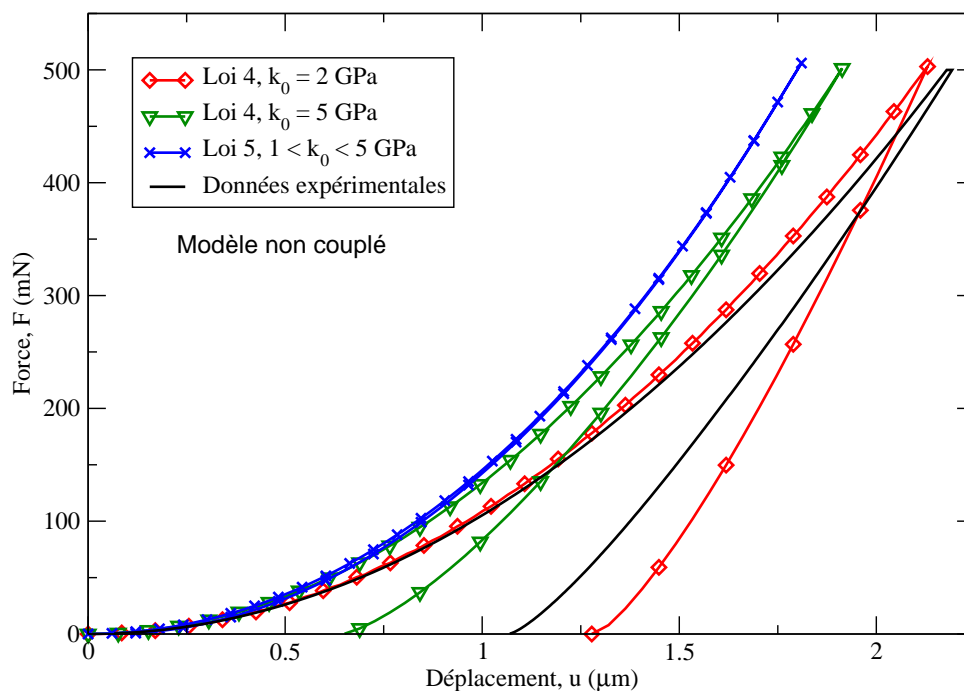


FIGURE 2.27 : Rôle du cisaillement dans une loi mixte, loi ④, lors d'une indentation conique à 500 MPa sur la courbe force-déplacement.

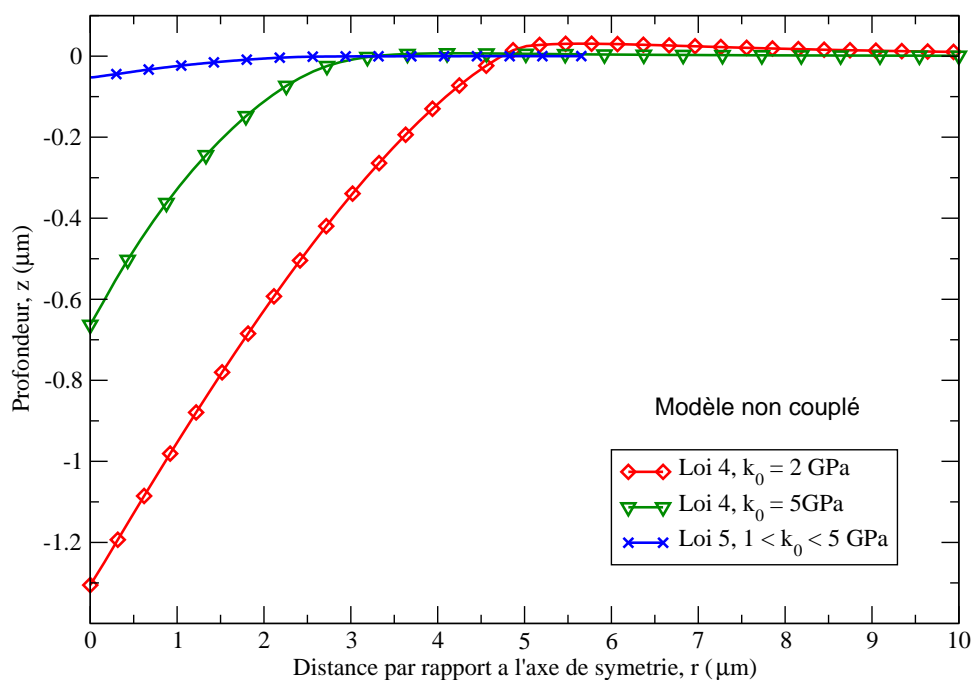


FIGURE 2.28 : Rôle du cisaillement dans une loi mixte, loi ④, lors d'une indentation conique à 500 MPa, sur le profil d'empreinte résiduelle.

Pour la loi ④ où le glissement plastique est autorisé pour toutes les pressions, on remarque qu'une limite en cisaillement haute est nécessaire pour avoir un volume de densification,  $\Delta V^p$ , significatif (cf. tableau 2.5). En effet, avec une limite en cisaillement,  $k_0$  inférieure à 2 GPa, il n'y a pas de densification. Il faut aller jusqu'à  $k_0 \geq 5$  GPa pour avoir un volume densifié proche de ceux obtenus précédemment.

Plus la limite  $k_0$  augmente (figures 2.29 et 2.30), plus la zone de forte densification s'étend. Notons que la densification peine toujours à saturer. Mais la zone où l'on densifie reste tout de même près de deux fois moins large et profonde que pour un modèle sans glissement. En regardant la géométrie des zones densifiées, on remarque l'apparition de légers bourrelets dus au glissement, la zone densifiée se situe avant ce bourrelet.

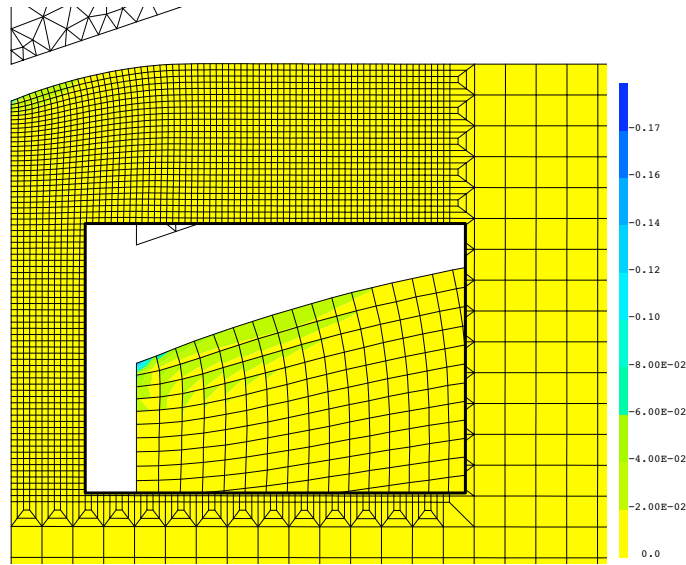


FIGURE 2.29 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après une charge à 500 mN (zone finement maillée de 5,99  $\mu\text{m}$ ) - Loi ④ avec une limite en cisaillement de 4 GPa, pour le verre de silice.

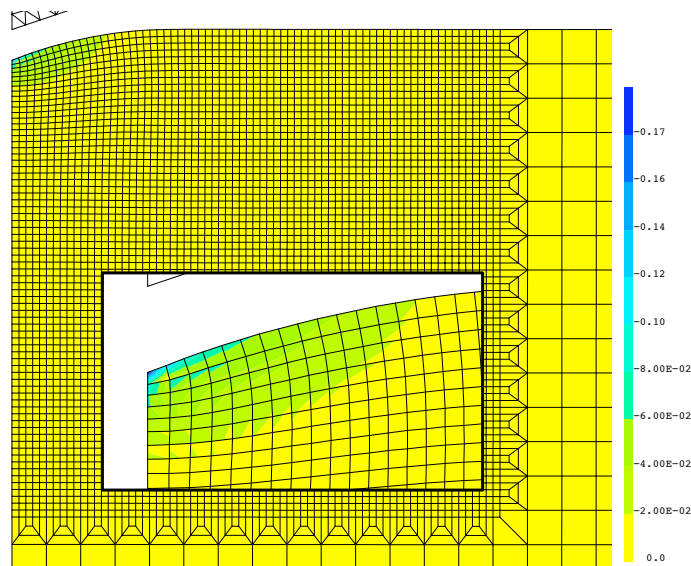


FIGURE 2.30 : Répartition de la densification sous l'indenteur conique après une charge à 500 mN (zone finement maillée de 6,52  $\mu\text{m}$ ) - Loi ④ avec une limite en cisaillement de 5 GPa pour le verre de silice.

### Rôle du cisaillement, second modèle

Une seconde série de calculs a alors été réalisée avec la loi ⑤, loi où le glissement plastique est autorisé quand  $p \leq 0$  et quand  $\alpha = 1$ ,  $\forall p$ . Dans ce cas, les deux phénomènes étant découplés, la valeur de la limite en cisaillement  $k_0$  ne joue ni sur le taux, ni sur la répartition ou la saturation de la densification. On retrouve quelque soit la valeur de  $k_0$ , la répartition de pression trouvée avec la loi densification-écrouissage seule, soit la loi ③ (cf. figures 2.20 et 2.21).

### Rôle du cisaillement, résultats

Limite en cisaillement $k_0$ (GPa)	Profondeur maximale $h_{max}$ ( $\mu m$ )	Profondeur résiduelle $h_f$ ( $\mu m$ )
Loi ④		
2	2,13	1,27
3	2,00	0,96
4	1,95	0,78
5	1,91	0,65
Loi ⑤		
$\forall k_0$	1,81	0,07

TABLE 2.4 : Récapitulatif des résultats pour une charge de 500 mN suivant  $k_0$  pour une loi ④ et ⑤ sur le verre de silice.

Limite en cisaillement $k_0$ (GPa)	Volume de la zone densifiée $V_0$ ( $\mu m^3$ )	Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu m^3$ )
Loi ④		
2	464	$0,34 \cdot 10^{-4}$
3	205	$0,56 \cdot 10^{-3}$
4	124	0,05
5	67	0,19
Loi ⑤		
2	13,2	0,37
5	14,6	0,41

TABLE 2.5 : Volume densifié suivant  $k_0$  pour une loi ④ et ⑤ sur le verre de silice, à 500 mN.

En résumé, autoriser le glissement plastique (loi ④) permet d'avoir une empreinte résiduelle. En prenant pour limite élastique en cisaillement  $k_0 = 2$  GPa (limite trouvée à partir de la courbe force-déplacement au §2.3.2.1), la densification n'est pas significative. Le volume densifié pour une charge de 500 mN est alors de  $0,35 \cdot 10^{-4} \mu m^3$ .

Dans le cas où le glissement n'est permis que pour des pressions négatives et après saturation de la densification, soit pour la loi ⑤, la limite en cisaillement choisie ne joue aucun rôle et on trouve un volume densifié  $\Delta V^p$  et un volume de la zone densifiée  $V_0$  sensiblement identiques à ceux du comportement sans cisaillement.

L'évolution du volume de la zone de densification,  $V_0$ , est inverse à celle de du volume densifiée  $\Delta V^p$ . Augmenter la limite élastique en cisaillement  $k_0$  diminue  $V_0$  et augmente  $\Delta V^p$  en générant de plus forte pression sous l'indenteur mais en confinant cette zone.



### Rôle du couplage élasticité-densification

Dans cette partie, nous nous intéressons au cisaillement avec un couplage élasticité-densification. Les résultats issus des lois ④ et ⑤ sont comparés entre eux et avec ceux obtenus sans couplage, pour le verre de silice<sup>2</sup>, soit les lois mixtes avec du glissement plastique pour toutes les pressions ou uniquement pour  $p \leq 0$  et  $\alpha = 1$ ,  $\forall p$ .

Un recalage par rapport à la courbe force-déplacement, pour la loi ④, fournit toujours la même limite en cisaillement que celle trouvée au §2.3.2.1, les courbes se superposent à celles du modèle non couplé, quelque soit la limite en cisaillement choisie.

Dans le cas de la loi ⑤, la valeur de la limite en cisaillement n'a pas d'influence sur la courbe force-déplacement. Les courbes de charges sont identiques à celles obtenues sans couplage, la décharge change : on crée une empreinte plus importante, mais toujours largement inférieure à celle mesurée expérimentalement.

Ces résultats sont illustrés sur la figure 2.31.

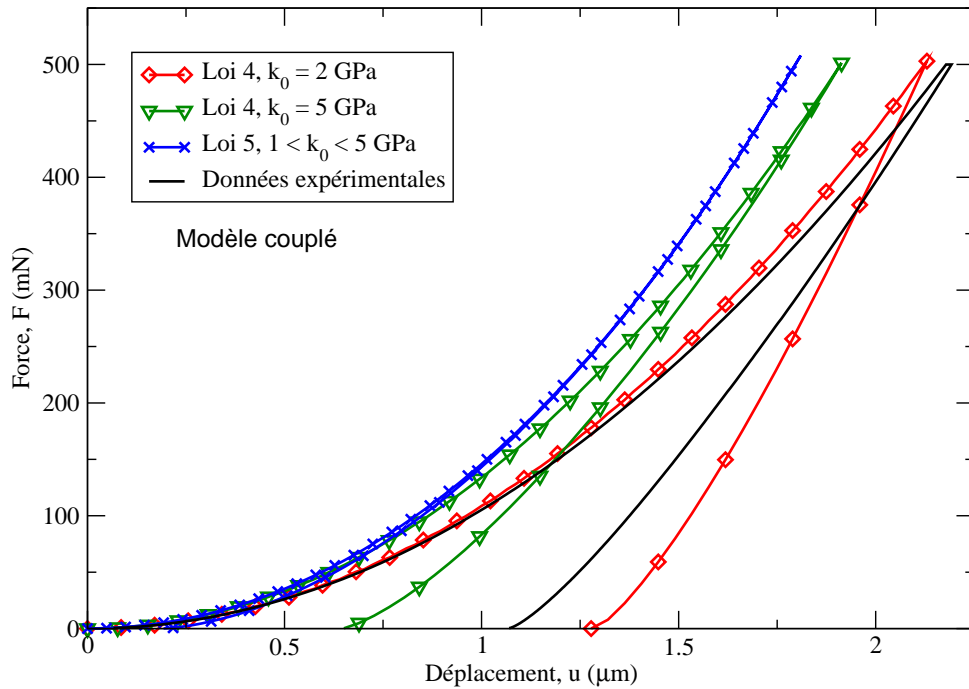


FIGURE 2.31 : Rôle du cisaillement avec un modèle couplé lors d'une indentation conique à 500 MPa sur la courbe force-déplacement pour le verre de silice.

On retrouve bien les comportements observés par l'apport du couplage :

- des empreintes plus profondes,
- une augmentation du volume densifié,
- une zone densifiée de même taille que sans couplage, mais avec une zone de forte densification plus large. Ce résultat est illustré sur la figure 2.32, soit pour la loi ⑤, où le phénomène est plus visible.

2. Tous ces calculs sont réalisés avec un frottement de 0,1.

**Rôle du couplage, résultats**

L'ensemble de ces résultats est résumé dans le tableau 2.6 pour les profondeurs d'indentation et dans le tableau 2.7 pour les volumes.

Limite en cisaillement $k_0$ (GPa)	Profondeur maximale $h_{max}$ ( $\mu m$ )	Profondeur résiduelle $h_f$ ( $\mu m$ )
Loi ④		
2	2,13	1,27
3	2,00	0,96
4	1,95	0,78
5	1,91	0,65
Loi ⑤		
$\forall k_0$	1,81	0,18

TABLE 2.6 : Rôle du couplage : récapitulatif des déplacements pour une charge de 500 mN suivant  $k_0$  pour un modèle de densification, écrouissage, saturation avec un modèle de VON MISES avec un couplage élasticité-densification pour le verre de silice.

Les commentaires réalisés quant au rôle du cisaillement et de sa limite suivant les deux assemblages regardés dans le cas de modèles non couplés restent valables.

Limite en cisaillement $k_0$ (GPa)	Volume de la zone densifiée $V_0$ ( $\mu m^3$ )	Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu m^3$ )
Loi ④		
2	467	$5,11 \cdot 10^{-5}$
3	213	$7,65 \cdot 10^{-4}$
4	124	0,06
5	68,6	0,21
Loi ⑤		
2	24,1	0,54
5	14,4	0,53

TABLE 2.7 : Rôle du couplage : récapitulatif des volumes densifiés pour une charge de 500 mN suivant  $k_0$  pour un modèle de densification, écrouissage, saturation avec un modèle de VON MISES avec un couplage élasticité-densification pour le verre de silice.

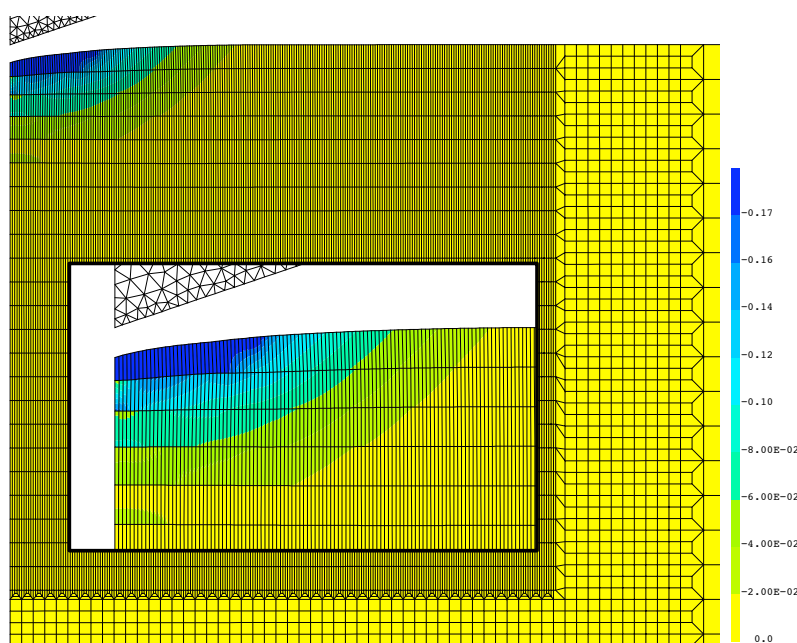


FIGURE 2.32 : Répartition de la densification - Loi ⑤ avec un couplage élasticité-densification avec une limite élastique en cisaillement de 5 GPa, sur le verre de silice.

En résumé, le **couplage élasticité-densification avec une loi mixte** (densification et cisaillement) permet d'augmenter la profondeur des empreintes jusqu'à des dimensions similaires à celles observées expérimentalement. Il permet d'augmenter la taille de la zone où la densification sature. Ainsi, il augmente la taille de la zone densifiée  $V_0$  et le volume densifié  $\Delta V^p$ . Au final, quelque soit le modèle, le couplage améliore nos résultats : il les fait évoluer vers ceux issus d'expériences même si nos résultats restent nettement plus faibles que ceux observés expérimentalement.

À ce stade, une première conclusion intermédiaire peut être tirée : les déformations irréversibles observées lors d'une indentation sur du verre sont issues de la pression et du cisaillement. Le modèle actuel prend en compte les deux phénomènes mais la densification ne résulte que de la pression : il faudra mettre en place un couplage entre densification et cisaillement.

### Résultats pour le verre à vitre

Le verre à vitre est le deuxième matériau auquel nous nous intéressons dans ce mémoire. Toute la phase de validation n'est pas réalisée dans son cas, nous nous contentons de regarder les résultats obtenus pour les lois couplées ④ et ⑤, soit les lois les plus complètes et donnant les meilleurs résultats. La répartition des zones densifiées, pour la loi ⑤ avec une limite élastique en cisaillement de 5 GPa, est présentée sur la figure 2.33. Les volumes densifiés, en fonction des lois de comportement et des limites en cisaillement, sont eux résumés dans le tableau 2.8.

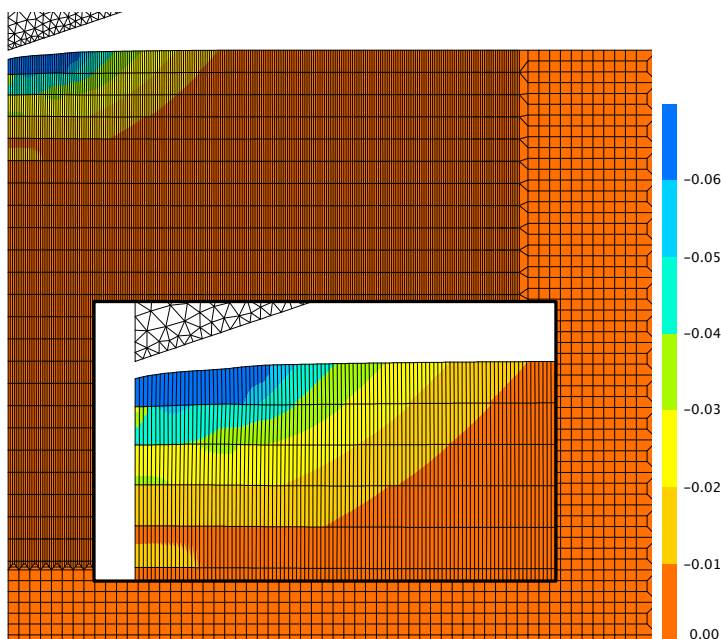


FIGURE 2.33 : Répartition de la densification - Loi ⑤ avec un couplage élasticité-densification avec une limite élastique en cisaillement de 5 GPa pour le verre à vitre (zone finement maillée de longueur  $5,62 \mu\text{m}$ ).

Dans ce cas, la profondeur résiduelle,  $h_f$ , de l'empreinte est de :

- $1,24 \mu\text{m}$  pour la loi ④ avec  $k_0 = 2 \text{ GPa}$ ,
- $0,58 \mu\text{m}$  pour la loi ④ avec  $k_0 = 5 \text{ GPa}$ ,
- $0,35 \mu\text{m}$  pour la loi ⑤ avec  $k_0 = 2 \text{ GPa}$ ,
- $0,12 \mu\text{m}$  pour la loi ⑤ avec  $k_0 = 5 \text{ GPa}$ .

Limite en cisaillement $k_0$ (GPa)	Volume de la zone densifiée $V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )	Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )
Loi ④ avec $k_0 = 2 \text{ GPa}$	479	$4,83 \cdot 10^{-5}$
Loi ④ avec $k_0 = 5 \text{ GPa}$	59,6	0,10
Loi ⑤ avec $k_0 = 2 \text{ GPa}$	21,8	0,20
Loi ⑤ avec $k_0 = 5 \text{ GPa}$	17,4	0,21

TABLE 2.8 : Récapitulatif des résultats suivant  $k_0$  à 500 mN pour les lois mixtes de densification et de glissement avec un couplage élasticité-densification pour le verre à vitre.

D'une façon générale on retrouve des résultats similaires à ceux obtenus pour le verre de silice (courbes force-déplacement et profils d'empreinte résiduelle) en fonction des lois et des limites élastiques en cisaillement choisies.

### 2.3.2.5 Résultats des indentations coniques

Dans cette première partie, différents phénomènes sont étudiés indépendamment les uns des autres, avant que leurs assemblages ne soient regardés. Les premières conclusions que nous pouvons tirer de ces résultats sont les suivantes :

- le frottement diminue les volumes densifiés mais la valeur du coefficient de frottement n'est que secondaire. Nous avons donc choisi un coefficient de frottement de 0,1 (frottement de type COULOMB) pour tous les calculs de cette partie ;
- le couplage élasticité-densification, en diminuant le taux de déformation nécessaire à la saturation de la densification, permet d'augmenter la profondeur des empreintes résiduelles et le volume densifié ;
- le cisaillement, en se déclenchant avant la densification, la ralentit. Les zones densifiées neaturent que peu et suivant la valeur de la limite en cisaillement choisie, la taille de la zone densifiée peut être fortement réduite. Le cisaillement ne permet pas d'améliorer nos résultats en terme de volume.
- la zone de densification est d'autant plus large que la limite en cisaillement est faible. Toutefois si cette zone est large, il n'y a pas de saturation de la densification dans ce cas : le taux de densification est inférieur au pour cent pour le verre de silice avec une loi ④ et  $k_0 = 2$  GPa.

Pour la suite des calculs, il nous faut fixer une limite élastique en cisaillement, nous prenons  $k_0 = 5$  GPa pour le verre de silice et de 2 GPa pour le verre à vitre. Ces valeurs semblent un bon compromis entre volume densifié et courbe force-déplacement.

Cette valeur de 5 GPa peut aussi se justifier par rapport à la littérature où l'on trouve des valeurs de 1,6 GPa [ZENG *et al.*, 1995], 2,2 GPa (VON MISES SEUL, 6,5 GPa [KERMOUCHE *et al.*, 2008] ou encore 13,5 GPa [LAMBROPOULOS *et al.*, 1997; XIN et LAMBROPOULOS, 2000] ou encore une limite à la rupture de 3,5 GPa pour le verre E [KURKJIAN *et al.*, 2003], (cf. §1.1.3, 2.1.3.1 et 2.1.2). La valeur choisie de 5 GPa est une moyenne de ces différents résultats.

L'ajout de ces différents éléments (frottement, couplage élasticité-densification, cisaillement) rend notre modèle plus complet et plus proche d'un modèle réel d'un point de vue phénomène. Par contre, il ne permet pas de retrouver les valeurs expérimentales : l'empreinte reste environ cinq fois plus petite et il existe un facteur dix entre le volume densifié que nous prévoyons et celui qui a été mesuré expérimentalement.

Les deux verres étudiés ne se comportant pas de la même façon, nous arrivons à retrouver les constatations du premier chapitre : le verre à vitre a un volume où a lieu la densification,  $V_0$ , supérieur à celui du verre de silice, mais son volume densifié,  $\Delta V^p$ , est inférieur à celui du verre de silice. Cette différence vient des taux de saturation de la densification qui sont de 6 % pour le verre à vitre contre 17 % pour le verre de silice.

### 2.3.3 Indentation tridimensionnelle VICKERS

Il s'agit dans cette partie de réaliser la simulation tridimensionnelle d'une indentation VICKERS. Le but de ce calcul est double. Tout d'abord, nous voulons comparer les résultats issus de nos lois de comportement et ceux issus de l'expérience, pour le même essai. L'indentation avec un cône équivalent, en mode axisymétrique, est proche de l'indentation VICKERS, au moins pour la réponse globale (courbe force-déplacement) mais elle ne rend pas compte des discontinuités géométriques de l'essai. C'est là la seconde motivation à cette étude : analyser le comportement sur les arêtes.

#### 2.3.3.1 Présentation des calculs

Le maillage est celui déjà présenté dans le chapitre 1, §1.3.5.2. Pour des raisons matérielles, ces simulations sont toutes réalisées sans frottement.

La partie précédente ayant mis au jour l'importance du couplage élasticité-densification, seules les lois le prenant en compte sont testées. La réponse du verre de silice avec les lois ③, ④ et ⑤ durant une indentation à 500 mN est étudiée. Enfin, une limite élastique en cisaillement  $k_0$  de 5 GPa est choisie pour le verre de silice, d'après les résultats de la partie précédente, cf. §2.3.2.5. Une limite de 2 GPa est prise pour le verre à vitre.

#### 2.3.3.2 Résultats pour le verre de silice

Les résultats « classiques » : courbe force-déplacement (figure 2.34), profils d'empreintes suivant les arêtes et les faces (figures 2.35) et l'évolution du volume densifié avec la charge (figure 2.36) sont examinés.

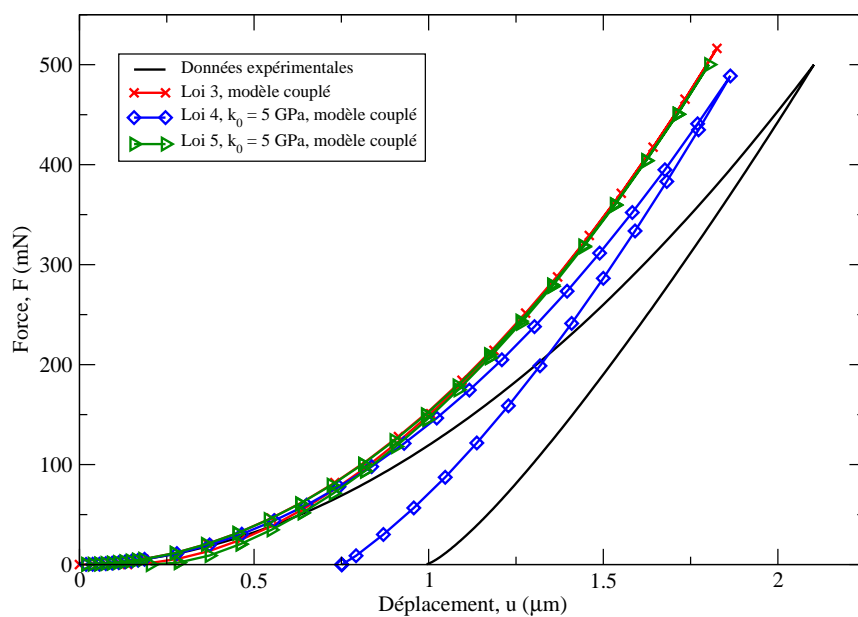


FIGURE 2.34 : Courbe force-déplacement pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement  $k_0$  de 5 GPa et pour de la silice, pour une charge de 500 mN.

La limite en cisaillement choisie ne permet pas de retrouver la courbe force-déplacement expérimentale, une limite de 2 GPa aurait dû être prise pour cela (§2.3.2.1) mais par contre elle permet de retrouver les empreintes : tant sur les arêtes que sur les faces avec la profondeur résiduelle, la pente et les légers bourrelets, avec une loi où le glissement plastique est possible quelque soit la pression, soit pour la loi ④.

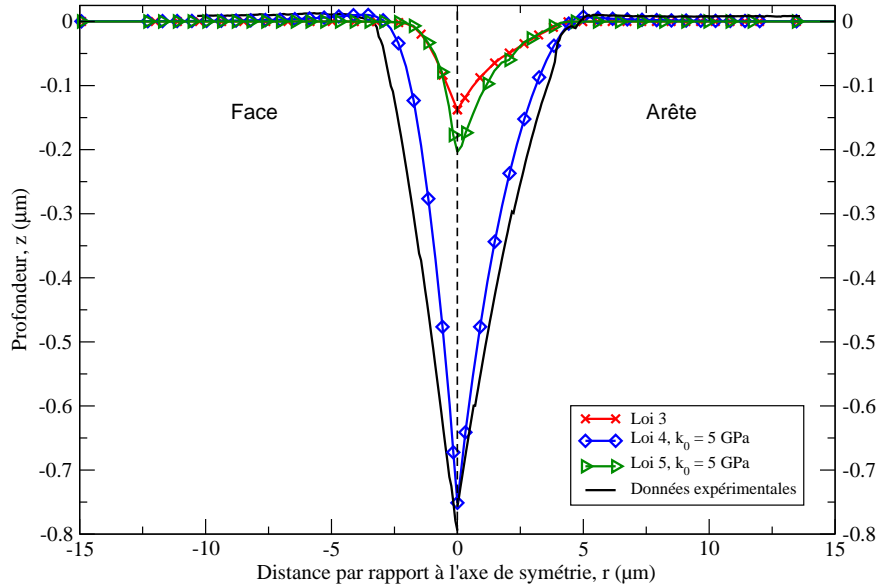


FIGURE 2.35 : Comparaison des profils d'empreinte suivant l'arête et la face après une charge de 500 mN pour de la silice et pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement  $k_0$  de 5 GPa.

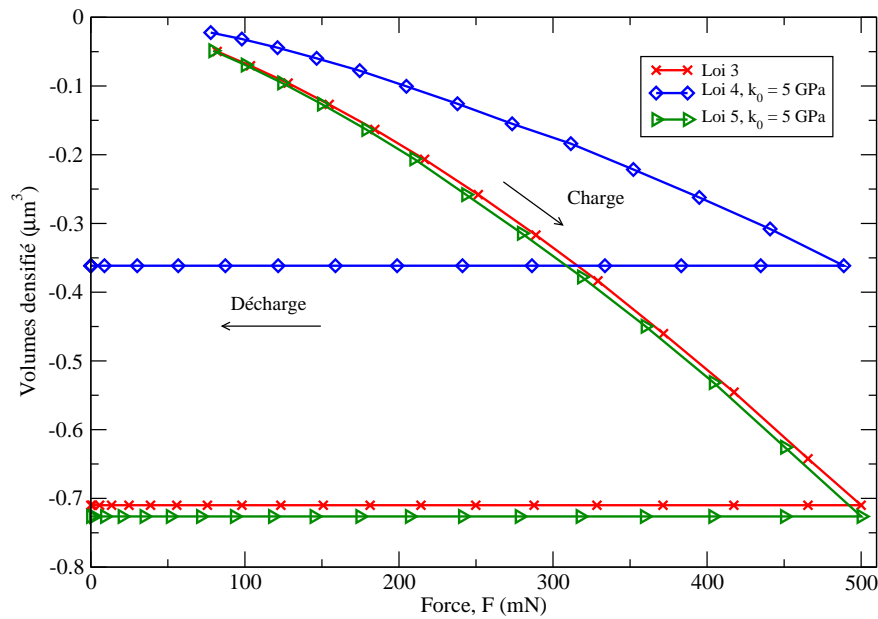


FIGURE 2.36 : Evolution du volume densifié lors d'une indentation VICKERS à 500mN pour le verre de silice, pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement  $k_0$  de 5 GPa.

L'ajout du cisaillement permet de retrouver l'empreinte, mais suivant la façon dont on l'autorise, le volume densifié passe du simple au double, comme montré ci-après.

### Répartition du volume densifié

Nous allons nous intéresser uniquement dans ce paragraphe à la répartition de la densification sous l'empreinte : la taille de la zone affectée par la densification,  $V_0$ , et le volume densifié,  $\Delta V^p$ .

Les répartitions de volumes sont très proches pour les lois ③ et ⑤, on ne représente que celle du dernier modèle sur les figures 2.37 et 2.38. La répartition de volume pour la loi ④ est représentée sur les figures 2.39 et 2.40. Sur ces figures, la zone la plus finement maillée comporte 43 mailles et mesure 12  $\mu\text{m}$ . Les valeurs de volumes obtenues à 500 mN pour les différentes lois sont résumés dans le tableau 2.9. Les longueurs de la zone densifiée sont résumées dans le tableau 2.10.

	Volume de la zone densifiée $V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )	Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )
Loi ③	20	0,75
Loi ④	87,2	0,36
Loi ⑤	19,1	0,73

TABLE 2.9 : Récapitulatif des résultats pour les différents modèles couplées, lors d'une indentation VICKERS à 500 mN sur de verre de silice.

À nouveau, on remarque que si nous parvenons à avoir une large zone densifiée, celle-ci ne densifie que peu et conduit à un volume densifié  $\Delta V^p$  faible. Par contre, avec le modèle de densification écoulement seul ou associé à du glissement plastique pour  $p < 0$  et  $\alpha = 1$ ,  $\forall p$ , le volume densifié est deux fois plus important et le volume de la zone densifiée quatre fois plus faible.

À l'issu de ces simulations, nos modèles apparaissent incomplets mais décrivant chacun une partie de ce qui est observé. Ainsi, les possibilités de rendre compte des données expérimentales se décomposent en trois :

1. Retrouver la courbe force-déplacement en autorisant le glissement plastique mais sans avoir de volume densifié avec la loi ④ et  $k_0 = 2$  GPa ;
2. Retrouver l'empreinte et un faible volume densifié avec la loi ④ et  $k_0 = 5$  GPa ;
3. Avoir un volume densifié plus important, sans retrouver ni l'empreinte, ni la courbe de charge en autorisant le glissement plastique quand  $p \leq 0$  et  $\alpha = 1$ ,  $\forall p$ , soit avec loi ⑤ avec une valeur de  $k_0$  prise entre 2 et 5 GPa.



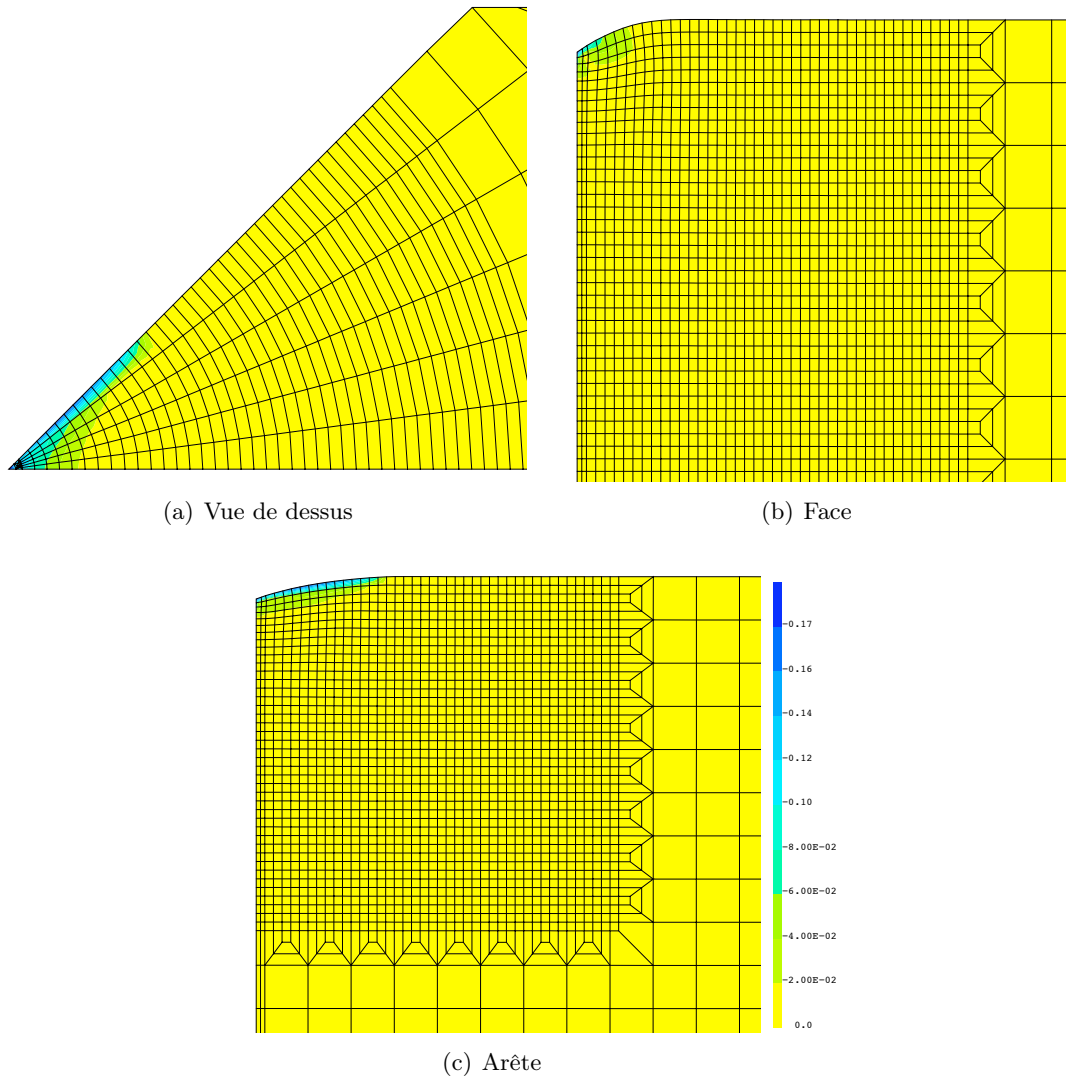


FIGURE 2.37 : Cartes d'iso-densification pour la loi ④ avec une limite en cisaillement de 5 GPa, avec une après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre de silice (zone finement maillée de  $12\ \mu\text{m}$ ).

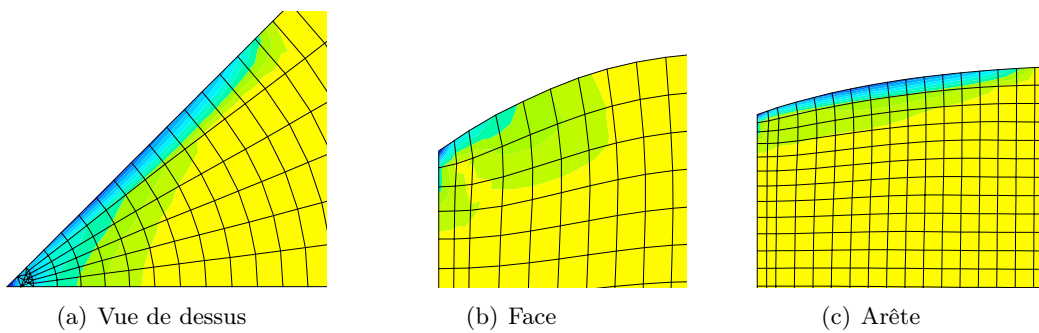


FIGURE 2.38 : Zooms de la figures 2.37.

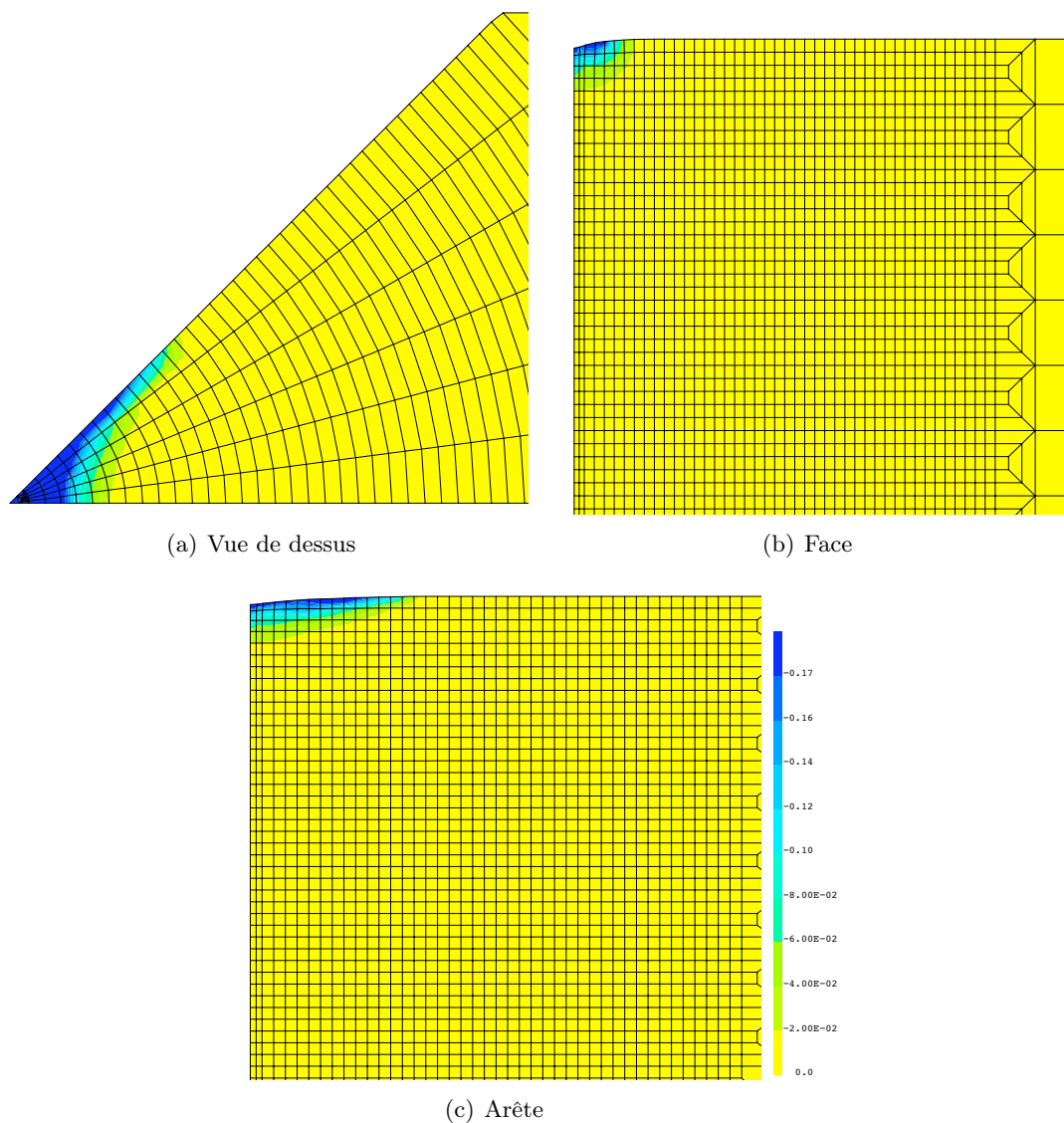


FIGURE 2.39 : Cartes d'iso-densification pour la loi ⑤ avec une limite en cisaillement de 5 GPa, après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre de silice (zone finement maillée de  $12\ \mu\text{m}$ ).

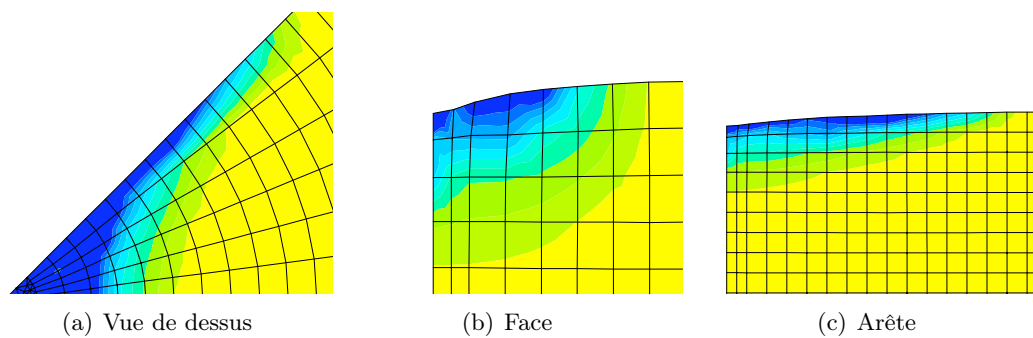


FIGURE 2.40 : Zoom de la figure 2.39.

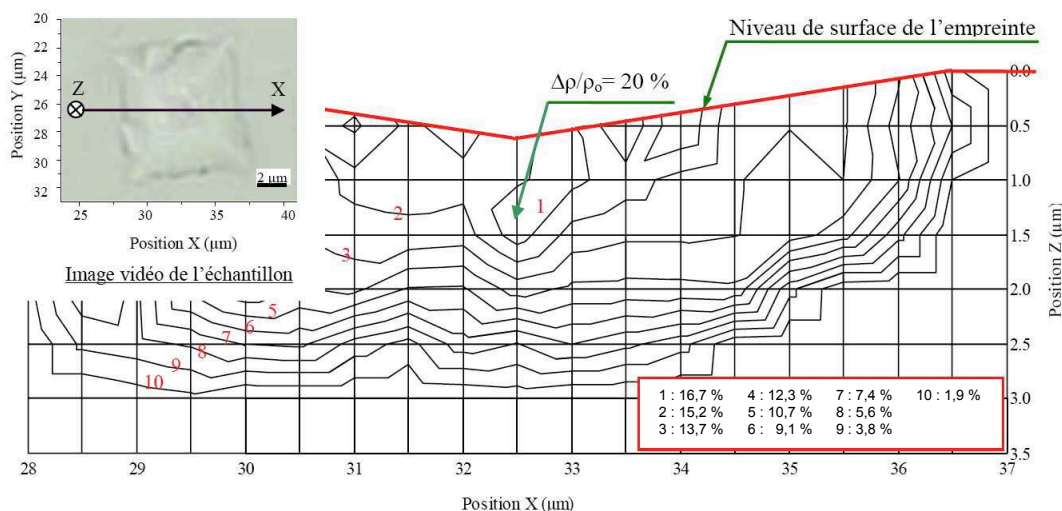


FIGURE 2.41 : Carte d'iso-densification (calée sur la bande D<sub>2</sub>) dans la zone indentée d'un verre de silice (charge de 500 mN), suivant le profil indiqué par l'image optique, d'après [J1, 2007].

Modèle	Dimension du volume densifié suivant			Volume densifié $\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )
	la face ( $\mu\text{m}$ )	l'arête ( $\mu\text{m}$ )	la profondeur ( $\mu\text{m}$ )	
Loi ③	1,5	4,2	1,2	0,75
Loi ④	1,6	4,4	1,2	0,36
Loi ⑤	1,5	4,2	1,2	0,73
Données expérimentales [J1, 2007]	4,5	-	3	8,8

TABLE 2.10 : Récapitulatif des dimensions des zones affectées par la densification lors d'une indentation VICKERS à 500 mN sur un verre de silice, avec une limite élastique en cisaillement de 5 GPa.

Les dimensions de la zone affectée par la densification, pour la loi ④, sont de façon surprenante, légèrement supérieures à celles trouvées avec les autres modèles. Les valeurs obtenues expérimentalement sont supérieures, de l'ordre du double pour les longueurs, à celles de nos modèles. On retrouve un facteur de 10 entre nos valeurs de volume densifié et la valeur expérimentale.

Mis à part le facteur de taille, il reste à comparer la forme des lignes d'iso-densification. En effet, la zone de plus forte densité est pour notre modèle et expérimentalement discontinue : ces profils sont similaires. D'une façon générale, notre description correspond à celle observée, avec dans notre cas une zone de faible densité plus étendue où les dernières lignes devraient être plus rapprochées.

### 2.3.3.3 Indentation VICKERS du verre à vitre

Finalement, la même étude est réalisée sur le verre à vitre. Dans les paragraphes précédents, nous avons remarqué que les lois ③ et ⑤, donnait les mêmes résultats en terme de volume densifié et que la seconde loi génère une empreinte plus profonde. Nous nous sommes donc volontairement limité ici aux deux dernières lois, soit celles avec densification, écroutissage et saturation avec un glissement plastique et un couplage élasticité-densification. La limite élastique en cisaillement a été prise à 2 GPa pour ces simulations : on sait qu'elle est inférieure à celle du verre de silice et au moins égale à 1,75 GPa.

Les résultats en terme de volume et de dimension sont résumés dans le tableau 2.11. Les répartitions de densification sont illustrées, sur les figures 2.42 et 2.43, uniquement pour la loi qui donne un volume densifié maximum, la loi ⑤.

Modèle	Dimension du volume densifié suivant			$\Delta V^p$ ( $\mu\text{m}^3$ )	$V_0$ ( $\mu\text{m}^3$ )
	la face ( $\mu\text{m}$ )	l'arête ( $\mu\text{m}$ )	la profondeur ( $\mu\text{m}$ )		
Loi ④	Grandeurs non significatives			0,91 $10^{-4}$	674
Loi ⑤	2,52	4,13	1,21	0,27	25,3

TABLE 2.11 : Récapitulatif des dimensions des zones affectées par la densification lors d'une indentation VICKERS à 500 mN sur un verre à vitre, avec une limite élastique en cisaillement de 2 GPa.

La loi ④ donne un très large volume  $V_0$ , mais la densification y est généralement inférieure à 1 %, c'est pourquoi nous ne pouvons donner des grandeurs significatives pour la taille de la zone densifiée, comparables à celles des autres calculs dans ce cas.

Les mêmes remarques que pour l'indentation conique peuvent être faite ici, en comparant verre à vitre et verre de silice : le volume  $V_0$  trouvé pour le verre à vitre est supérieur à celui du verre de silice et pourtant le verre de silice densifie plus que le verre à vitre.

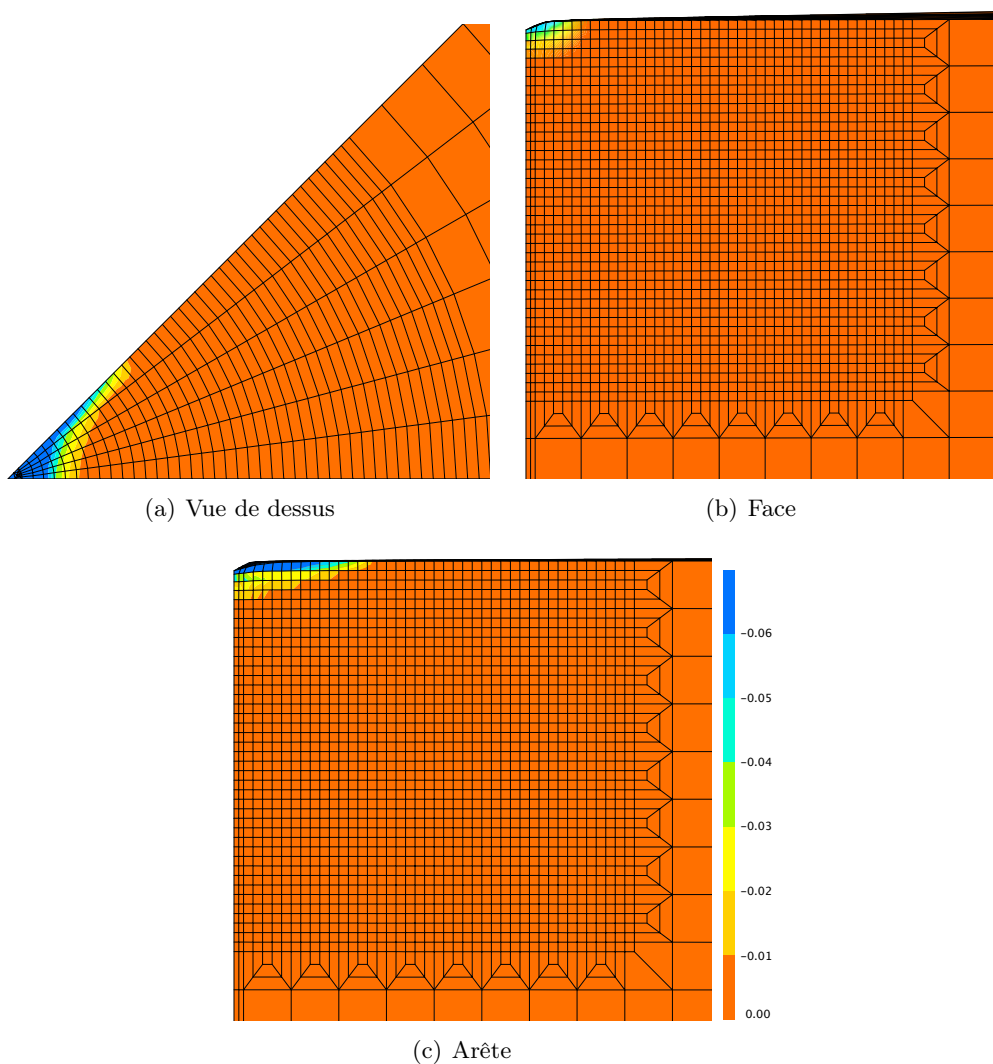


FIGURE 2.42 : Cartes d'iso-densification pour la loi ⑤ avec une limite en cisaillement de 2 GPa, après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre à vitre (zone finement maillée de  $12\ \mu\text{m}$ ).

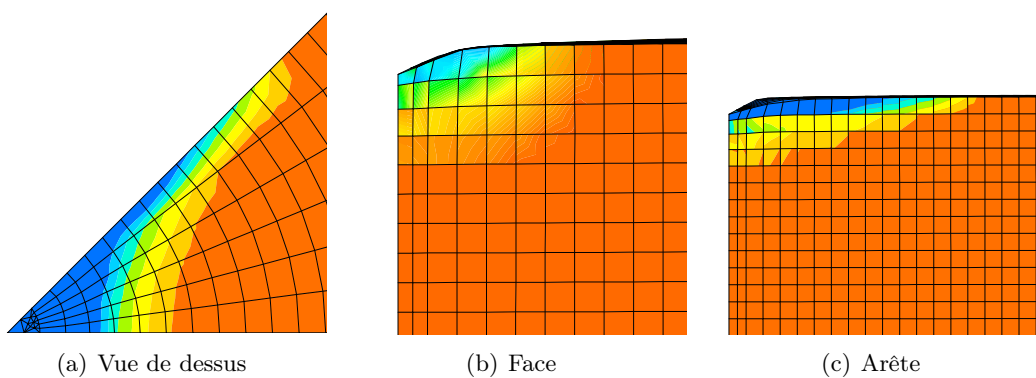


FIGURE 2.43 : Zoom de la figure 2.42.

## 2.4 Remarques

Compte tenu des résultats obtenus dans ce second chapitre, plusieurs constats doivent être dressés. En effet, les différentes familles de lois de comportement explorées ne nous permettent pas de reproduire précisément les observations expérimentales. Celles-ci nous éclairent pourtant grandement sur les couplages qui existent entre les modes de déformations explorés : l'élasticité, la plasticité par densification et par glissement.

Premièrement, nous avons considéré le cas d'une déformation plastique restreinte à la densification et pilotée uniquement par la pression (incluant l'existence d'un seuil d'apparition et d'un seuil de saturation de ce processus). Ce cas implique l'usage d'une surface de charge plane normale à la trisectrice des contraintes et d'une loi d'écoulement associée reproduisant les observations expérimentales de compression hydrostatique. Une telle loi ne permet en aucun cas de retrouver les observations expérimentales. La courbe d'indentation force-déplacement ainsi obtenue présente un travail irréversible extrêmement faible, elle est donc quasi réversible. L'empreinte résiduelle obtenue présente elle aussi des volumes très faibles par rapport à ceux observés expérimentalement. Le couplage proposé entre les coefficients d'élasticité et l'avancement de la densification tend à résoudre ce problème mais dans une proportion très faible.

La seconde option explorée implique une déformation plastique mixte par densification et glissement. Les contributions de la pression et du cisaillement équivalent sont découplées par le biais d'une surface de charge cylindrique de type VON MISES bornée par un plan normal à la trisectrice des contraintes et un écoulement associé. Les courbes force-déplacement ainsi simulées sont bien plus proches des expériences qu'avant l'introduction de la plasticité par glissement mais n'en sont pas meilleures pour autant. En effet, il en résulte une baisse notable des volumes densifiés. Les deux modes de déformation plastique ont une interaction concurrentielle qui va à l'encontre de l'effet recherché initialement.

Il apparaît ainsi clairement qu'il faut coupler les moteurs d'apparition et de développement de ces deux formes de plasticité, que sont le cisaillement et la pression hydrostatique, pour pouvoir rendre compte de l'ensemble des données expérimentales obtenues par indentation (courbe force-déplacement, volumes densifiés, cartographie de densification sous l'empreinte). Cette remarque est conforme aux modélisations déjà existantes, elles mêmes incomplètes [IMAOKA et YASUI, 1976; YASUI et IMAOKA, 1982; LAMBROPOULOS *et al.*, 1997; XIN et LAMBROPOULOS, 2000; KERMOUCHE *et al.*, 2008; JI *et al.*, 2006]. L'intérêt de la démarche adoptée dans ce chapitre réside en l'étude hiérarchique de l'assemblage et du couplage de modèles élémentaires, pour pouvoir proposer ultérieurement une loi de comportement adéquate.



# Conclusion

Le verre, un matériau qualifié généralement d'élastique fragile peut se déformer de façon irréversible sans rupture, comme l'atteste les rayures que l'on trouve à sa surface. Ce phénomène de déformation est connu qualitativement mais il faut attendre le début des années 1950, avec BRIDGMAN ET ŠIMON [1953], pour que l'on commence à s'intéresser scientifiquement à ce problème. BRIDGMAN ET ŠIMON ont, les premiers, mis au jour des changements irréversibles de densité pour des verres inorganiques soumis à de fortes charges, on parle de *densification*. La fracturation de leurs échantillons et la nature de leur essai ont lancé la controverse sur les causes et l'ampleur de ces variations de densité. Il faut attendre 1961 pour que COHEN ET ROY [1962a] répondent à ces observations et avancent le possible rôle du cisaillement dans cette déformation. MACKENZIE [1963a] établit enfin que le cisaillement est un facteur majeur de la densification. Toutefois les types d'échantillons employés et les méthodes d'essais ne permettent pas vraiment de trancher quant au rôle réel ou supposé du cisaillement, ni de comparer clairement les différents résultats.

C'est pourquoi cette étude s'inscrit dans une recherche menée au sein du laboratoire LARMAUR sur l'étude de la densification du verre. Des expériences de compression hydrostatique et d'indentation y ont été réalisées : elles servent de base à notre travail.

Des essais de compression hydrostatique ont révélé un seuil à partir duquel s'initie la densification mais également, et ce résultat est original, un seuil à partir duquel la densification sature. Ces études ont également révélé une évolution importante des propriétés élastiques des verres, en fonction de la pression appliquée. Nous parlons dans ce cas d'un *couplage élasticité-densification*.

Les changements irréversibles de volume, ou de densité, ont été observés pour de nombreux verres [J1, 2007]. Dans ce mémoire, nous nous sommes limités à deux verres particuliers, ceux pour lesquels ce phénomène est le plus marqué : le verre de silice, avec une variation de volume maximale de 17 %, et le verre à vitre, avec une variation de volume maximale de 6 %.

Des essais d'indentation pointue réalisés sur ces mêmes verres ont apporté des informations supplémentaires sur le phénomène de densification au travers de plusieurs éléments. Premièrement, la réponse mécanique de l'essai (courbe force-déplacement) et l'étude de la topographie de l'empreinte résiduelle laissée sur la surface indentée informent sur la réponse globale du matériau. De plus, par une méthode de recuit sous la température de transition vitreuse, il a été possible de mesurer les volumes densifiés par indentation, élément de comparaison à nouveau global. Enfin, une cartographie des zones de densification, effectuée par spectroscopie de diffusion RAMAN, apporte un caractère beaucoup plus local à ces résultats d'indentation.



L'objectif de ce travail de thèse était d'établir les liens entre la densification des verres et leur réponse en indentation. Pour ce faire, nous procédons à la modélisation d'un mécanisme (densification) par le biais de simulations numériques d'un essai mécanique particulier (indentation).

Pour cela, nous avons utilisé deux méthodes :

- la première a consisté à évaluer *a posteriori* les volumes densifiés en utilisant, d'une part, les modèles élastiques du contact mécanique (calcul formel) ou la simulation numérique par éléments finis (qui permet la prise en compte de la nature tridimensionnelle de la géométrie de l'indenteur) et, d'autre part, la loi de comportement d'élasto-densification expérimentalement déterminée. Cette première approche, simple de mise en œuvre, conduit à une estimation des volumes densifiés de 5 à 10 fois inférieurs à ceux relevés par l'expérience ;
- fort de ce constat, la seconde approche a consisté à élaborer une loi de comportement d'élasto-densification dans le cadre de la mécanique non linéaire des matériaux, puis à les implémenter dans un code de calcul par éléments finis. Différentes lois ont été établies pour permettre des comparaisons directes avec l'expérience (courbe charge-décharge, empreinte résiduelle, volumes densifiés et affectés par la densification, cartographie de la densification sous l'empreinte). Elles découpent les différents mécanismes de déformation permanente (densification, glissement) ainsi que leurs moteurs (pression, cisaillement), pour évaluer leur contribution propre et leurs interactions.

Dans le cadre de cette seconde approche, trois comportements distincts, illustrés sur la figure 2.44, forment la base de notre modélisation :

- une loi de type matériau de VON MISES où le glissement plastique est uniquement lié au cisaillement ;
- une loi de densification, avec pour seul moteur la pression, avec évolution de la surface de charge entre  $P_0$  (seuil d'initiation de la densification) et  $P_1$  (seuil de saturation) et un retour à un comportement élastique une fois la densification saturée ;
- un couplage élasticité-densification permettant de faire évoluer les propriétés élastiques avec le niveau de densification.

La simulation numérique par éléments finis nous permet également d'étudier l'influence de paramètres supplémentaires comme le frottement ou la singularité de l'indenteur pyramidal.

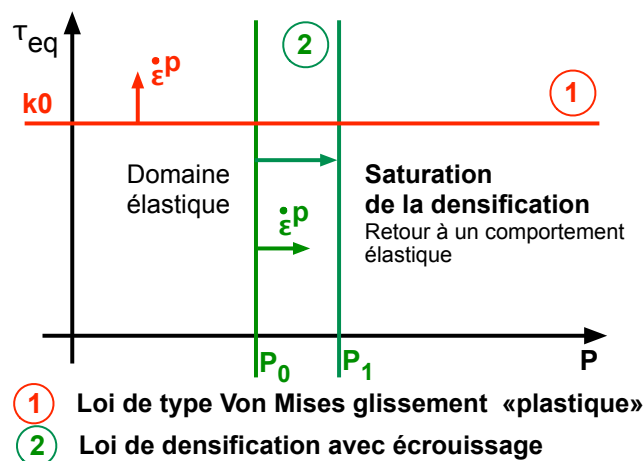


FIGURE 2.44 : Loi de comportement écrite en cisaillement et en pression.

Nous avons montré qu'une telle approche ne permet pas de retrouver des volumes densifiés différents de ceux évalués par la première approche, c'est-à-dire plus proches des observations expérimentales, et ce, dans le meilleur des cas où seule la densification était activée par la contrainte mécanique (en l'occurrence ici la seule pression). De plus, la réponse mécanique est macroscopiquement quasi-élastique et très différente des courbes charge-décharge expérimentales. Cela constitue une première réponse à la question que nous nous étions posée dans l'introduction de ce mémoire :

Le phénomène de densification peut-il être seul responsable de la réponse mécanique des verres silicatés à l'indentation ?

La réponse est clairement non, même en tenant compte d'un spectaculaire couplage entre élasticité et densification, tout du moins lorsque la densification n'a pour seul moteur que la pression.

Nous avons alors étudié le rôle du glissement plastique avec une loi supplémentaire type matériau de VON MISES. Les deux mécanismes sont dans un premier temps concurrents : le glissement, en démarrant avant la densification, diminue grandement l'intensité de cette dernière et restreint sa saturation. Dans un second temps, le glissement participe à la densification : il permet d'avoir une large zone mais il y a très peu de densification. De plus, lorsque la limite élastique en cisaillement est prise de sorte à ce qu'expérience et simulation numérique soient proches en termes de courbe charge-décharge, les volumes densifiés sont insignifiants.

Il apparaît donc que si le cisaillement doit jouer un rôle dans les mécanismes conduisant à former une empreinte résiduelle dans des verres silicatés, il doit agir sur les seuils d'initiation et de saturation densification (surface de charge) en plus d'agir sur le développement du glissement plastique (loi d'écoulement).

L'élaboration de modèles couplant pression et cisaillement constitue une perspective naturelle à très court terme. Pour cela, différents types de couplages sont à envisager :

- un couplage entre les moteurs : la densification est générée par le cisaillement et la pression, comme illustré par la loi 1 sur la figure 2.45. Un tel couplage crée une nouvelle surface de charge et l'écoulement est non associé. Cette loi est en cours de modélisation.
- un couplage entre les mécanismes. Le chargement génère du glissement plastique et de la densification. La direction de l'écoulement plastique est modifiée, et la loi, numérotée 2 sur la figure 2.45, se rapproche de celle développée par IMAOKA et YASUI [IMAOKA et YASUI, 1976; YASUI et IMAOKA, 1982].
- enfin, un couplage entre moteurs et mécanismes.

Aucune donnée expérimentale ne permet à ce jour de privilégier l'une ou l'autre de ces modélisations. Par contre, elles nous permettent de prendre en compte de la densification uniquement pour des pressions positives et de prendre un modèle de VON MISES pour des pressions positives.

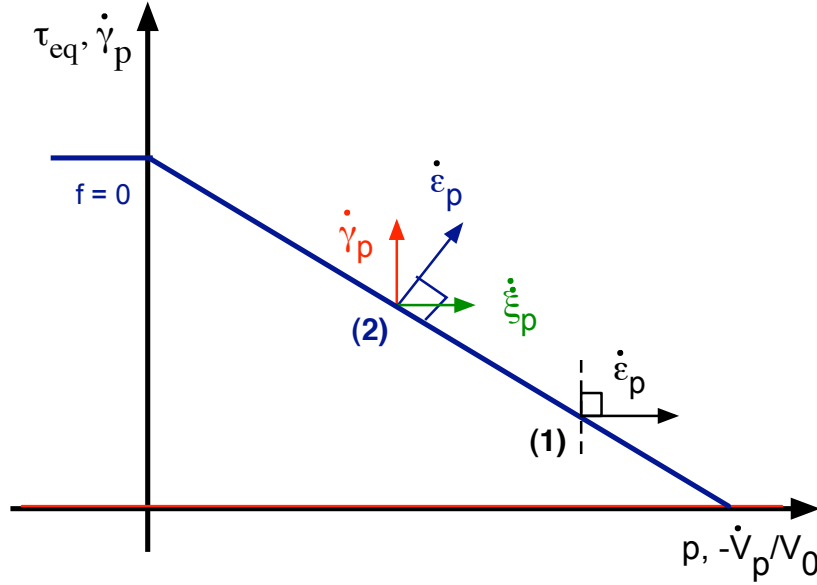


FIGURE 2.45 : Nouvelles modélisations envisagées : couplages possibles.

Chacune de ces modélisations comporte un certain nombre de points anguleux : quand de la densification est générée sans pression ou quand du glissement est généré sans cisaillement. Il convient alors de mettre en place des solutions numériques pour passer outre. La solution adoptée par KERMOUCHE *et al.* [2008] est une des celles qui peut alors être envisagée.

Enfin, la simulation numérique de l'essai de compression hydrostatique nous indique que la densification sature autour de 70 % de variation relative de volume. On ne peut plus décemment rester dans le cadre des petites perturbations ! Une perspective est donc de prendre en compte ces non linéarités géométriques que l'on retrouvera également dans les essais d'indentation pointue.

Cependant, au-delà de cela, il convient de replacer ce travail de thèse dans son environnement local pour mieux en mesurer sa contribution. En effet, cette démarche de modélisation et de simulation numérique du comportement mécanique est une première pierre posée au laboratoire qui s'appuyait jusqu'alors, essentiellement, sur sa seule composante expérimentale. Dans un premier temps, et la démarche de modélisation présentée dans ce mémoire l'illustre, il convient de s'appuyer complètement sur la base de données expérimentales du laboratoire. Ce travail consiste à mettre en forme les résultats expérimentaux pour effectuer une modélisation physiquement motivée des processus de déformation. De plus, dans un second temps, la simulation numérique, basée sur nos lois de comportement, d'essais aussi complexes que l'indentation et le rayage devient alors un outil de dialogue et de réflexion avec les expériences. En ce sens cette thèse contribuera à donner une assise plus grande au laboratoire dans le domaine de la modélisation mécanique du comportement des verres.

# Glossaire

## Propriétés et caractéristiques matériau

$\nu$	le coefficient de POISSON
$E$	le module d'YOUNG
$E_r$	le module réduit, $E_r = \frac{E}{1 - \nu^2}$
$E^*$	le module réduit de l'indenteur et du matériau (MPa), $\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_m^2}{E_m}$ avec l'indice $i$ pour l'indenteur et l'indice $m$ pour le matériau
$k_0$	la limite élastique en cisaillement
$Y$	la limite élastique en traction
$T_g$	la température de transition vitreuse
$T_f$	la température de fusion

## Notations

$a$	le rayon de contact de l'indenteur
$F$	la charge appliquée
$h$	la profondeur de pénétration de l'indenteur
$h_c$	la profondeur de contact
$h_r$	la profondeur de l'empreinte résiduelle après indentation
$h_{max}$	la profondeur maximale lors d'une indentation
$P$	la pression appliquée
$P_0$	la pression où débute la densification
$P_1$	la pression où sature la densification
$\rho$	la distance horizontale par rapport à l'origine
$V_R$	le volume recouvert
$\frac{\Delta V^p}{V_0}$	le variation relative de volume
$\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}$	la variation relative de densité
$\Delta V^p$	le volume densifié
$V_0$	le volume de la zone affectée par la densification

## Tenseurs et notations pour les lois de comportement

- $\underline{\varepsilon}$  le tenseur des déformations sous l'hypothèse des petites déformations telle que  
 $\underline{\varepsilon} = \nabla_s \underline{u}$
- $\underline{u}$  le déplacement
- $\underline{\varepsilon}^e$  la partie élastique du tenseur des déformations
- $\underline{\varepsilon}^p$  la partie permanente du tenseur des déformations, tels que  
 $\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^p$  sous l'hypothèse des Petites Perturbations
- $\underline{\sigma}$  le tenseurs des contraintes liées aux déformation par la loi de Hooke  

$$\underline{\sigma} = \frac{E}{1+\nu} \left( \underline{\varepsilon} + \frac{\nu}{1-2\nu} \text{tr}(\underline{\varepsilon}) \underline{1} \right)$$
 qui se décompose en 6 termes, dont 3 d'entre eux  
 sont les contraintes principales notées  $\sigma_i$  avec  $i \in \{1, 3\}$ .
- $\kappa$  la trisectrice des contraintes d'équation  $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$   
 et de vecteur directeur  $\vec{\kappa} = \frac{1}{\sqrt{3}}(1, 1, 1)$
- $p = -\frac{1}{3} \text{tr } \underline{\sigma}$  la pression hydrostatique
- $\sigma_m$  la contrainte moyenne égale à  $-p$
- $s$  le déviateur des contraintes,  $s = \underline{\sigma} - p \cdot \underline{1}$
  
- $\underline{\underline{C}}$  le tenseur d'élasticité
- $K$  le module de compressibilité tel que  $\underline{\underline{C}} : \underline{1} = 3 K \underline{1}$
  
- $\dot{\underline{\varepsilon}}_p$  la direction d'écoulement ou du taux de déformation plastique
- $\gamma_p$  terme de glissement plastique
- $\xi_p$  terme de changement de volume appelé dilatance ou dilatation plastique  
 quand il est positif, densification ou compaction quand il est négatif
- $\tau$  la contrainte de cisaillement équivalente au sens de von Mises définie par  
 $\tau = \sqrt{2 J_2^s / 3}$
- $\alpha$  le taux d'écrouissage
- $\beta$  le changement irréversible de volume  $\Delta V^p / V_0$
- $\beta_1$  la saturation de la densification exprimé en volume
- $\gamma$  le changement irréversible de densité  $\Delta \rho^p / \rho_0$
- $\gamma_1$  la saturation de la densification exprimé en densité
  
- $f$  la fonction de charge
- $\dot{\lambda}$  le multiplicateur plastique qui doit respecter les conditions de KUHN et TUCKER  
 soit vérifier  $\dot{\lambda} \geq 0 \quad f \leq 0 \quad \dot{\lambda} f = 0$  [LEMAÎTRE et CHABOCHE, 1985]
- $w$  l'énergie de déformation élastique  
 qui lie l'élasticité macroscopique et l' « écoulement », défini par :  

$$w(\underline{\varepsilon}, \underline{\varepsilon}^p, \alpha) = \frac{1}{2} (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^p) : \underline{\underline{C}} : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^p) + \frac{1}{2} \frac{P_0 + \alpha(P_1 - P_0))^2}{P_1 - P_0}$$

## Logiciels et langages de programmation

ASTER	Code_Aster (version 9.0), EDF R&D, code général pour l'étude du comportement mécanique des structures diffusé sous licence GNU GPL. <a href="http://www.code-aster.org">http://www.code-aster.org</a>
CAST3M	Code de calcul par éléments finis développé par le CEA, disponible dans sa version Education-Recherche en téléchargement. <a href="http://www-cast3m.cea.fr">http://www-cast3m.cea.fr</a>
MATHEMATICA <sup>©</sup>	Logiciel de calcul formel de Wolfram.
FORTRAN 77	<i>FORmula TRANslator</i> , langage de programmation utilisé principalement en mathématiques et dans les applications de calcul scientifique. <a href="http://www.fortran.com">http://www.fortran.com</a>

## Acronymes

AFM	Microscope à force atomique
CEA	Commissariat à l'Energie Atomique
CUB8	Elément linéaire cubique à huit noeuds sous CAST3M
EDF	Electricité De France
H.P.P.	Hypothèse des Petites Perturbations
LARMAUR	LABoratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes 1
MMC	Mécanique des Milieux Continus
MNR	Modèle du réseau aléatoire modifié ou Modified Random Network GREAVES et SEN [2007]
VER	Volume Elémentaire Représentatif



# Annexe 1 : Choix des modèles de contact élastique

## 1. Choix du modèle de contact élastique pour un indenteur conique

Nous nous proposons dans cette annexe de justifier le choix de la solution analytique au problème de l'indentation conique, que nous avons réalisée au §1.3.3. Deux solutions sont comparées, celle SNEDDON, plus connue qui utilise la transformée de HANKEL et celle de HANSON qui utilise les fonctions de GREEN.

Le problème d'une indentation conique est illustré sur la figure 46 avec le demi angle  $\alpha$  du cône et la profondeur de pénétration  $\varepsilon$  donnée par  $\varepsilon = a \cot(\alpha)$  avec  $a$  le rayon de contact.

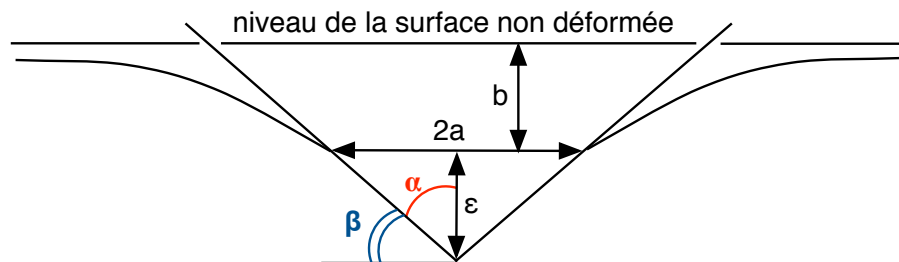


FIGURE 46 : Géométrie d'une indentation conique : définition des notations.



### 1.1. Solution de SNEDDON

La solution de SNEDDON nécessite de définir huit fonctions intermédiaires. Elle semble de plus obtenir des résultats discutables au niveau du cercle de rayon  $a$ .

La force totale  $F$  appliquée à la région  $0 \leq r \leq a$  se définit pour ce problème par :

$$F = \frac{\pi a \varepsilon E}{2(1 - \nu^2)} \quad (13)$$

Afin de pouvoir exprimer les contraintes solutions en des fonctions transformées de HANKEL de fonction de BESSEL notées  $K_n^m$ , des notations doivent être introduites [SNEDDON, 1951; HANSON, 1992] sachant que les coordonnées cylindriques sont normalisées par le rayon de contact,  $\zeta = z/a$ ,  $\rho = r/a$  :

$$\begin{aligned} \beta^2 &= 1 + \zeta^2 \\ \zeta \tan \theta &= 1 \\ R^4 &= (\rho^2 + \zeta^2 - 1)^2 + 4\zeta^2 \\ (\rho^2 + \zeta^2 - 1) \operatorname{tg}(2\phi) &= 2\zeta \end{aligned} \quad (14)$$

Ces équations sont celles corrigées par HANSON [HANSON, 1992], où la valeur de  $\phi$  prise est celle entre  $[-\frac{\pi}{2}; \frac{\pi}{2}]$  :

$$\begin{aligned} 2\phi &= \operatorname{tg}^{-1} \frac{2\zeta}{\rho^2 + \zeta^2 - 1}, & \rho^2 + \zeta^2 - 1 > 0 \\ 2\phi &= \pi + \operatorname{tg}^{-1} \frac{2\zeta}{\rho^2 + \zeta^2 - 1}, & \rho^2 + \zeta^2 - 1 < 0 \end{aligned} \quad (15)$$

Les fonctions utilisées sont alors :

$$\begin{aligned} K_2^0(\rho, \zeta) &= \frac{1}{\sqrt{\rho^2 + \zeta^2}} - \frac{\cos \phi}{R} \\ K_1^1(\rho, \zeta) &= \frac{1}{\rho} \left( \sqrt{\rho^2 + \zeta^2} - R \cos \phi \right) \\ K_2^1(\rho, \zeta) &= \frac{1}{\rho} \left( \frac{\beta}{R} \cos(\theta - \phi) - \frac{\zeta}{\sqrt{\rho^2 + \zeta^2}} \right) \\ K_1^0(\rho, \zeta) &= \frac{1}{2} \ln \left( \frac{R^2 + 2R \cos(\theta - \phi) + \beta^2}{(\zeta + \sqrt{\rho^2 + \zeta^2})^2} \right) \\ K_0^1(\rho, \zeta) &= \frac{1}{2} \left( \rho K_1^0(\rho, \zeta) - \zeta K_1^1(\rho, \zeta) + \frac{1}{\rho} (1 - R \sin \phi) \right) \end{aligned} \quad (16)$$

Et finalement les contraintes sont les suivantes :

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1 - \nu)^2} (K_1^0 + \zeta K_2^0) \\ \sigma_{\theta\theta} &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1 - \nu)^2} \left( 2\nu K_1^0 + \frac{1 - 2\nu}{\rho} K_0^1 - \frac{\zeta}{\rho} K_1^1 \right) \\ \sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz} &= -\frac{\varepsilon E}{a(1 - \nu)} K_1^0 \\ \tau_{rz} &= -\frac{\varepsilon E \zeta}{2a(1 - \nu^2)} K_2^1 \end{aligned}$$

## 1.2. Solution de HANSON

La solution de HANSON dont les équations sont données au paragraphe 1.3.3 ne demande que deux fonctions intermédiaires. Les équations des contraintes sont par contre complexes tant par leur appartenance à  $\mathbb{C}$  que par leur forme. Les solutions paraissent plus régulières.

## 1.3. Comparaison

### Premières comparaisons

Les deux solutions se basant sur la même mise en équation, on retrouve :

- la même courbe force - déplacement
- le même rayon de contact
- les mêmes équations de contrainte à la surface, soit en  $z = 0$

### Comparaisons à la surface, en $z = 0$

On trouve que toutes les contraintes sont nulles sauf les contraintes principales suivant  $r$  et suivant  $\theta$ . Elles sont égales dans les deux cas et s'écrivent avec les notations de SNEDDON :

$$\sigma_{rr} = -\sigma_{\theta\theta} = \frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} \frac{(1-2\nu)a^2}{2\rho^2} \quad (17)$$

Les contraintes présentent un pic infini à l'origine, leur atténuation se fait en  $1/r^2$ .

### Comparaison le long de l'axe de symétrie, en $\rho = 0$

Plusieurs termes du tenseur des contraintes ne sont pas définis dans ce cas, ils comportent un terme en  $1/\rho^2$ . La contrainte suivant  $z$  ainsi que la contrainte hydrostatique peuvent être exprimées. Pour chaque solution, seuls les termes définis sont exprimés.

### Simplification de la solution de SNEDDON

Les équations 14 se simplifient légèrement :

$$\begin{aligned} \beta^2 &= 1 + \zeta^2 \\ \zeta \operatorname{tg} \theta &= 1 \\ R^4 &= (\zeta^2 + 1)^2 \\ (\zeta^2 - 1) \tan(2\phi) &= 2\zeta \end{aligned} \quad (18)$$

Les termes  $K_j^i$  restants sont :

$$\begin{aligned} K_2^0(\zeta) &= \frac{1}{|\zeta|} - \frac{\cos(\phi)}{R} \\ K_1^0(\zeta) &= \frac{1}{2} \ln \left( \frac{2\zeta^2 + 2 - 2\sqrt{\zeta^2 + 1} \cos(\theta - \phi)}{2\zeta^2} \right) \end{aligned} \quad (19)$$

On note que en  $\zeta = 1$  (soit en  $r = a$ ), que la fonction  $\phi$  est discontinue, ce qui entraîne la discontinuité de ces deux fonctions. Les contraintes correspondantes sont :

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)} (K_1^0 + \zeta K_2^0) \\ \sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz} &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)} K_1^0 \end{aligned} \quad (20)$$

### Simplification de la solution de HANSON

Les fonctions de longueurs  $l_1$  et  $l_2$  le long de l'axe de symétrie s'écrivent

$$\begin{aligned} l_1(a) &= 0 \\ l_2(a) &= \sqrt{a^2 + z^2} \end{aligned} \quad (21)$$

Les contraintes ayant une forme définie sont  $\sigma_1 = \sigma_{xx} + \sigma_{yy}$  et  $\sigma_{zz}$  :

$$\begin{aligned} \sigma_1 &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)} \left( (1+2\nu) \ln\left(\frac{\sqrt{a^2+z^2}}{z}\right) + \frac{a^2}{z^2+a^2} \right) \\ \sigma_{zz} &= -\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)} \left( \ln\left(\frac{\sqrt{a^2+z^2}}{z}\right) - \frac{z^2}{z^2+a^2} + 1 \right) \end{aligned} \quad (22)$$

Ces deux équations permettent de connaître la contrainte hydrostatique  $\sigma_h = -\frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_{zz})$ . En effet,  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  présentent toutes deux un termes qui tend vers l'infini : la contrainte  $\sigma_2$  se simplifie et vaut alors  $-\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)} \left( (1-2\nu)z^2 \frac{1+z}{\rho^2} \right)$ . Les deux contraintes ont des formes indéterminées, mais leur somme est finie en  $\rho = 0$ .

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= -\frac{1}{2}(\sigma_1 - \text{Re}(\sigma_2)) \\ \sigma_{yy} &= -\frac{1}{2}(\text{Re}(\sigma_2) + \sigma_1) \end{aligned} \quad (23)$$

Les contraintes définies pour les deux solutions correspondent aux mêmes éléments du tenseur des contraintes.

### Comparaison des deux solutions

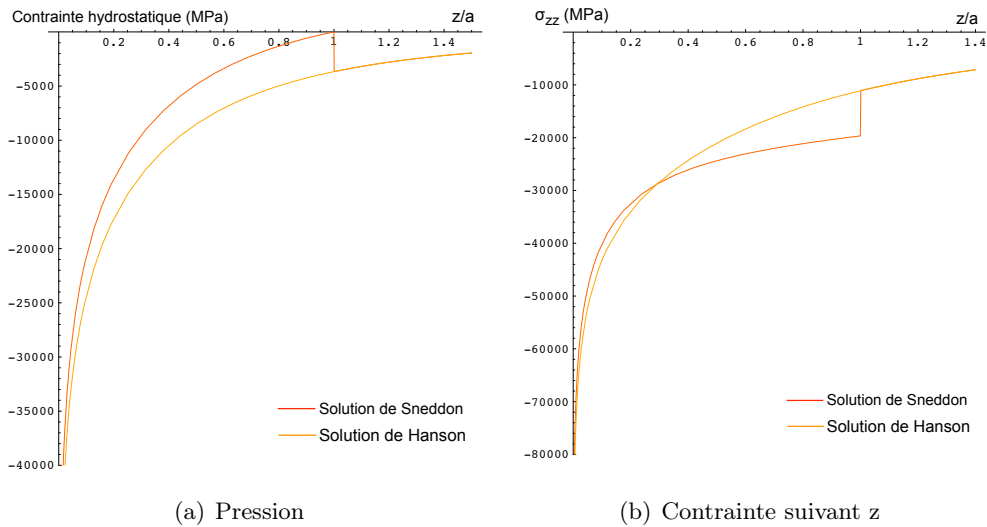


FIGURE 47 : Comparaison entre la solution de SNEDDON et celle de HANSON, répartition des contraintes non nulles le long de l'axe Z.

On constate sur la figure 47 que la solution de SNEDDON présente une forte discontinuité en 1, soit pour une profondeur égale au rayon de contact. Cette solution, de forme globale similaire à celle de HANSON en est proche, après la discontinuité.

### Répartition de contrainte hydrostatique

Pour les deux solutions, on trace une cartographie des écarts de contrainte hydrostatique, normalisée par  $\frac{\varepsilon E}{2a(1-\nu^2)}$ . Le résultat obtenu (figure 48) montre que les résultats sont très proches hors de la zone correspondant à un cercle de rayon le rayon de contact. La solution de SNEDDON présente des discontinuités au voisinage de cette même zone, ce sont elles que l'on retrouve ici.

Il me semble logique de conclure que la solution de HANSON de par son absence de discontinuité et le fait qu'elle nécessite de définir moins d'équations donne de meilleurs résultats que la solution de SNEDDON.

Les deux solutions apportent toutefois des résultats similaires loin du contact.

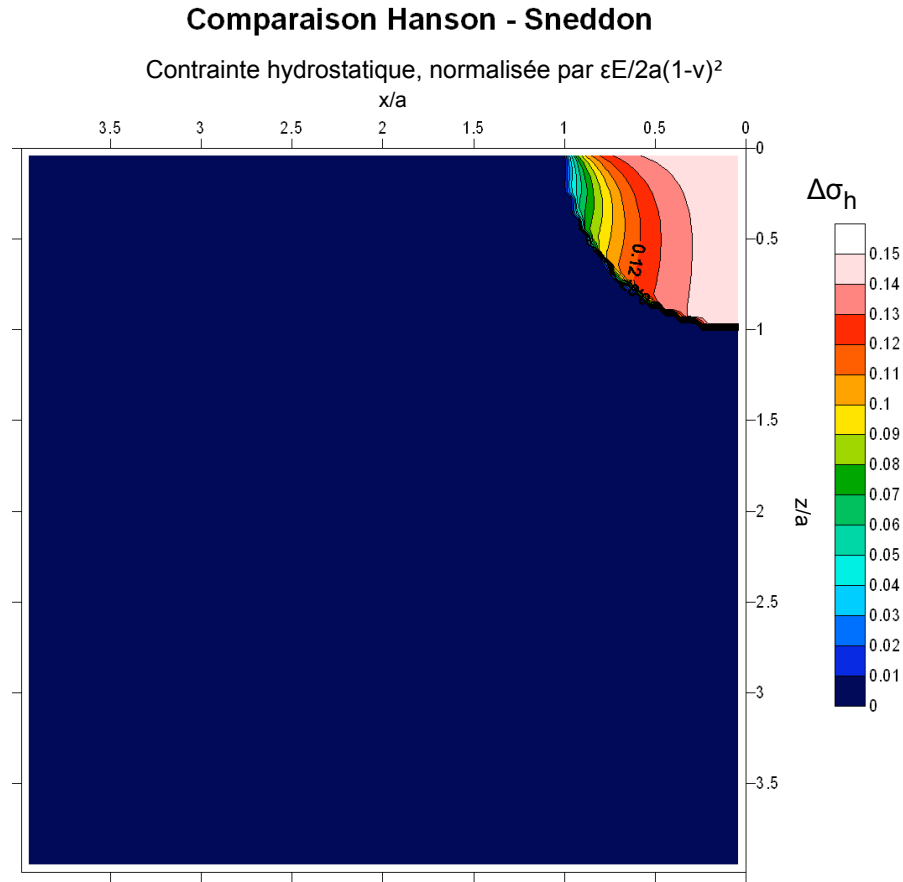


FIGURE 48 : Répartition de l'écart de pression entre la solution de SNEDDON et celle de HANSON.

## 2. Modèle de contact élastique pour un indenteur sphérique : le modèle de HERTZ

La solution proposée par HERTZ correspond au contact de deux solides élastiques semi-infinis sur une petite zone elliptique.

La résolution s'appuie sur celle d'un problème bidimensionnel en déformations planes dans lequel on cherche à trouver une fonction de contrainte  $\phi$ , solution d'une équation biharmonique. La forme de la solution dépend de la répartition de pression [JOHNSON, 1999].

On note  $p_m$ , la pression moyenne de contact et  $F$  la charge,  $a$  le rayon de contact et  $R$  le rayon de l'indenteur que l'on prend égal à 0,5 mm. La charge et le rayon de l'indenteur nous permettent de calculer le rayon de contact avec les équations suivantes :

$$\begin{cases} a &= \sqrt[3]{\frac{3RF}{4E^*}} \\ p_m &= \frac{F}{\pi a^2} \end{cases} \quad (24)$$

avec  $E^*$  le module réduit de l'indenteur et du matériau,  $\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_m^2}{E_m} = \frac{1}{E_R}$  <sup>3</sup> dans le cas d'un indenteur rigide,  $E_R = \frac{E_m}{1-\nu_m^2}$ .

Dans ce cas, les contraintes sont définies en deux temps : à la surface puis à l'intérieur du massif. À la surface, soit en  $z = 0$ , la distribution normale de pression sous un indenteur sphérique est illustrée sur la figure 49, elle est nulle hors du disque défini de rayon égal au rayon de contact. Dans ce disque elle s'écrit :

$$\frac{\sigma_{zz}}{p_m} = -\frac{3}{2} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad r \leq a \quad (25)$$

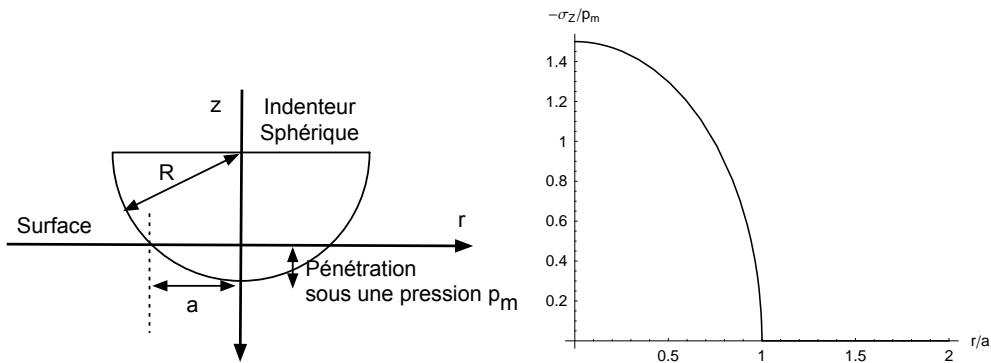


FIGURE 49 : Illustration du problème de HERTZ - Répartition de pression.

3. L'indice i correspond à l'indenteur, l'indice m au matériau

La contrainte suivant  $z$  est maximale au centre de la zone de contact, elle vaut alors  $1,5 p_m$ , elle est nulle au bord de la surface de contact. Hors du cercle de contact, la contrainte normale  $\sigma_z$  est nulle, il s'agit d'une surface libre. Les autres contraintes, non nulles, à la surface s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\sigma_{rr}}{p_m} = \frac{1-2\nu}{2} \frac{a^2}{r^2} \left( 1 - \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{3}{2}} \right) - \frac{3}{2} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} & r \leq a \\ \frac{\sigma_{rr}}{p_m} = \frac{1-2\nu}{2} \frac{a^2}{r^2} & r > a \\ \sigma_{\theta\theta} = -\sigma_r & \forall r \end{array} \right. \quad (26)$$

En posant,

$$u = \frac{1}{2} \left( (r^2 + z^2 - a^2) + \sqrt{(r^2 + z^2 - a^2)^2 + 4a^2 z^2} \right) \quad (27)$$

le champ de contrainte à l'intérieur du massif s'écrit [FISCHER-CRIPPS, 2007] :

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_{rr}}{p_m} &= \frac{3}{2} \left\{ \frac{(1-2\nu)}{3} \frac{a^2}{r^2} \left( 1 - \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \right) \right. \\ &\quad \left. + \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2} + \frac{z}{\sqrt{u}} \left( u \frac{1-\nu}{a^2 + u} + (1+\nu) \frac{\sqrt{u}}{a} \arctan\left( \frac{a}{\sqrt{u}} - 2 \right) \right) \right\} \\ \frac{\sigma_{\theta\theta}}{p_m} &= -\frac{3}{2} \left\{ \frac{(1-2\nu)}{3} \frac{a^2}{r^2} \left( 1 - \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \right) \right. \\ &\quad \left. + \frac{z}{\sqrt{u}} \left( 2\nu + u \frac{1-\nu}{a^2 + u} + (1+\nu) \frac{\sqrt{u}}{a} \arctan\left( \frac{a}{\sqrt{u}} \right) \right) \right\} \\ \frac{\sigma_{zz}}{p_m} &= -\frac{3}{2} \left( \frac{z}{\sqrt{u}} \right)^3 \left( \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2} \right) \\ \frac{\tau_{rz}}{p_m} &= -\frac{3}{2} \left( \frac{r z^2}{\sqrt{u^2 + a^2 z^2}} \right) \left( \frac{a^2 \sqrt{u}}{a^2 + u} \right) \end{aligned} \quad (28)$$

La pression s'écrit  $p = -\frac{1}{3}(\sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz})$ . Elle sera utilisée dans l'annexe 2.



# Annexe 2 : Comparaison entre les solutions analytiques et un calcul numérique par éléments finis pour un essai d'indentation

Le but de cette partie est de comparer les modèles mathématiques développés pour le contact élastique et les résultats obtenus avec un calcul éléments finis. Les calculs sont réalisés avec le logiciel ASTER, développé par EDF ([www.code-aster.org](http://www.code-aster.org)); GIBI issu du logiciel CAST3M développé par le CEA sert de mailleur.

## 1. Choix du maillage et de la modélisation

Pour tous les modèles étudiés, l'indenteur est rigide, le matériau est élastique isotrope avec les caractéristiques suivantes :

- $E = 70 \text{ GPa}$
- $\nu = 0,21$
- $P_{max} = 1 \text{ N}$

Le pilotage des simulations numériques se fait en déplacement. Nous sommes en grandes transformations, les conditions aux limites sont celles de la figure 50.

Deux comparaisons sont réalisées :

- entre un indenteur conique et le modèle de HANSON
- entre un indenteur sphérique et le modèle de HERTZ

Pour les deux simulations, un maillage paramétré composé de quadrangles à quatre nœuds est utilisé. Les dimensions du maillage permettent de respecter les conditions aux limites, elles ont un nombre de nœuds en contact (30 minimum à charge maximum) permettant les comparaisons voulues.

Le maillage comprend plusieurs zones avec des raffinements différents, il est le plus fin au niveau de la zone indentée, soit la zone de côté  $a$ . Cette zone correspond à la zone de contact plus la zone déformée par l'essai à la surface, elle est appelée *zone 1*.

La ligne de contact possède un raffinement supplémentaire de façon à avoir un maximum de points de contact sans trop pénaliser le calcul.



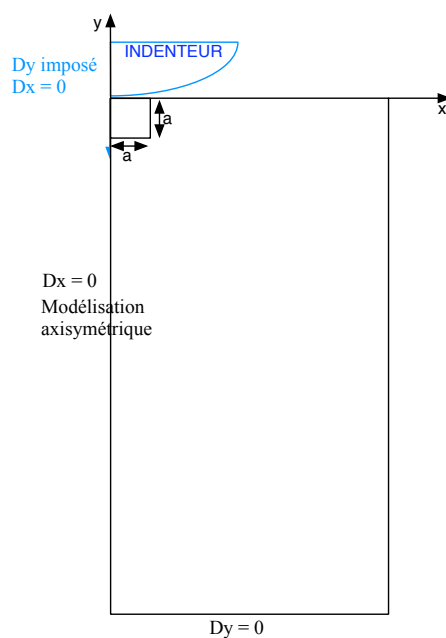


FIGURE 50 : Modélisation numérique d'un essai d'indentation : géométrie et conditions aux limites.

### Indentation conique

Dans le cas d'une indentation conique, des règles définissant la taille minimale du maillage à partir duquel ses dimensions n'influent plus le résultat sont énoncées dans [TARDIEU, 2000].

Soit  $U$  l'enfoncement maximal de l'indenteur tel que  $U = a \tan(\alpha)$  avec  $a$  le rayon de contact qui correspond à la taille minimale de la zone 1. Les autres dimensions du maillage sont définies en fonction de  $a$  :

- la hauteur  $\geq 13 a$
- la largeur  $\geq 7 a$

Une indentation à 1 N correspond à une profondeur d'indentation de  $U = 0,0026 \text{ mm}$ , soit à  $a = 0,0009 \text{ mm}$ . Dans notre cas, nous avons  $a = 0,024 \text{ mm}$  afin de nous affranchir des conditions aux limites, le maillage est celui de la figure 51.

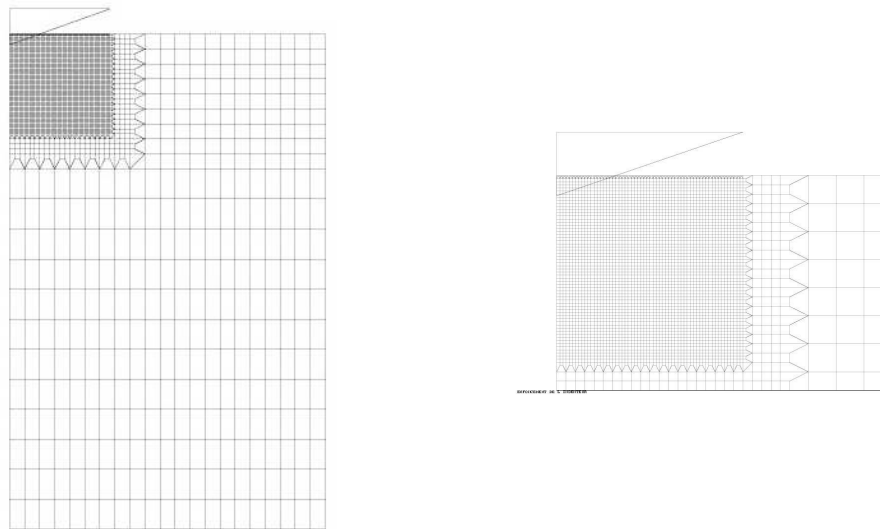


FIGURE 51 : Maillage d'une indentation conique.

Les mailles carrées de la zone 1 ont un côté  $a_0 = 0,4 \text{ mm}$ , 60 de ces mailles en forment un côté. Sur la ligne supérieure, les mailles sont sub-divisées en 3 mailles. Le contact compte **57 mailles** de taille  $a_0/3$ . La hauteur du massif est de 0,1188 mm et sa largeur de 0,0756 mm. Le cône a un demi angle  $\alpha$  de  $70,3^\circ$ , il s'agit du cône équivalent à un indenteur Vickers (voir 1.3.3).

### Indentation sphérique

La même démarche que pour une indentation conique est adoptée avec un indenteur sphérique. Rappelons brièvement les propriétés des solides : le matériau est élastique isotrope, l'indenteur est rigide. Les paramètres choisis sont :

- $E = 70\,000 \text{ MPa}$  et  $\nu = 0,21$  pour le massif,
- l'indenteur est modélisé comme un solide rigide,
- $P_{max} = 1 \text{ N}$ ,
- $R = 0,008 \text{ mm}$  pour retrouver un déplacement proche de celui de l'indenteur conique.

En effet, le déplacement maximal est de  $U = 0,0023 \text{ mm}$ .

Le maillage est fait sur la même base que celui de l'indenteur conique. Les paramètres sont modifiés, les conditions sur la taille du maillage ne sont plus valables dans ce cas. La taille globale du maillage est augmentée pour pouvoir à nouveau considérer que les conditions aux limites n'influent pas le résultat.

Le maillage obtenu est similaire à celui de la figure 51. Les dimensions du maillage sont les suivantes :

- $a_0 = 0,0003 \text{ mm}$
- $a = 90 \cdot a_0 = 0,027 \text{ mm}$
- hauteur du massif : 0,165 mm
- largeur du massif : 0,0999 mm

## 2. Comparaison à partir des solutions numériques

### 2.1. Indentation conique

Une indentation conique avec un cône de demi angle de  $70,3^\circ$  a été réalisé sous ASTER. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux de la solution de HANSON pour une indentation conique avec une charge de 1 N.

#### Mise en place de la comparaison

Les systèmes d'axes utilisés n'ont pas la même orientation (voir figure 52), le repère de la solution de HANSON est conservé.

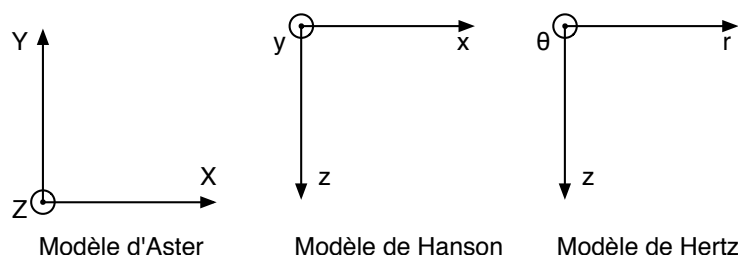


FIGURE 52 : Différents repères géométriques utilisés pour la solution d'ASTER, de HANSON et celle de HERTZ.

Il faut établir une correspondance entre les contraintes dans les différents repères. Les axes du repère d'ASTER sont notés en majuscule, ceux de HANSON en minuscule :

Simulation ASTER	Modèle de HANSON	Modèle de HERTZ
$\sigma_{XX}$	$\sigma_{xx}$	$\sigma_{rr}$
$-\sigma_{YY}$	$\sigma_{zz}$	$\sigma_{\theta\theta}$
$\sigma_{ZZ}$	$\sigma_{yy}$	$\sigma_{zz}$

#### Chargement

Les premières données à comparer sont celles que l'on obtient expérimentalement : la courbe de force - déplacement et le rayon de contact.

Le déplacement final est de :

- Calcul ASTER **2,6057  $\mu\text{m}$**
- Calcul HANSON **2,77  $\mu\text{m}$**
- soit un écart de **6 %** par rapport à la solution analytique

Le rayon de contact est de :

- Calcul ASTER **4,8  $\mu\text{m}$**
- Calcul HANSON **4,92  $\mu\text{m}$**
- soit un écart de **2,6 %** par rapport à la solution analytique

Les deux solutions correspondent pour un même chargement de 1 N.

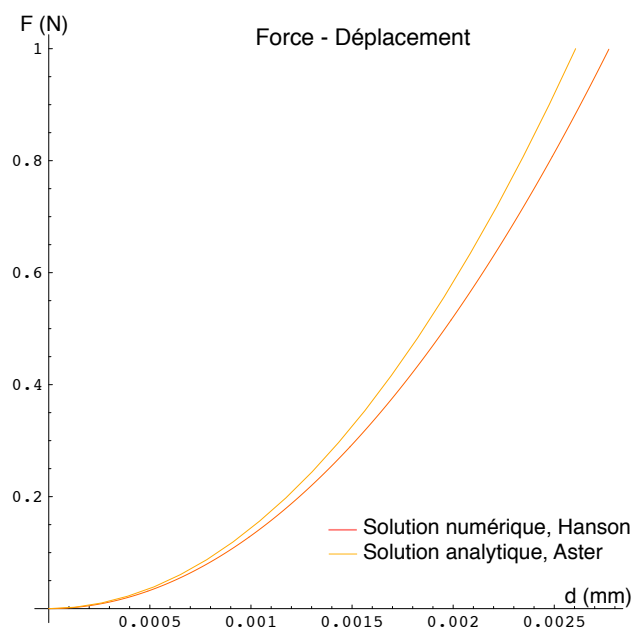


FIGURE 53 : Courbes force - déplacement issues du modèle de HANSON et de la simulation ASTER.

### Contraintes à la surface

Les équations des contraintes à la surface du solide sont simplifiées, les contraintes non nulles s'écrivent

$$\sigma_{rr} = -\sigma_{\theta\theta} = \frac{E\varepsilon}{2a(1-\nu^2)} \frac{(1-2\nu^2)a^2}{2r^2} \quad (29)$$

Dans le cas d'une simulation numérique, aucun terme du tenseur des contraintes n'est identiquement nul. La répartition des contraintes est illustrée sur la figure 54.

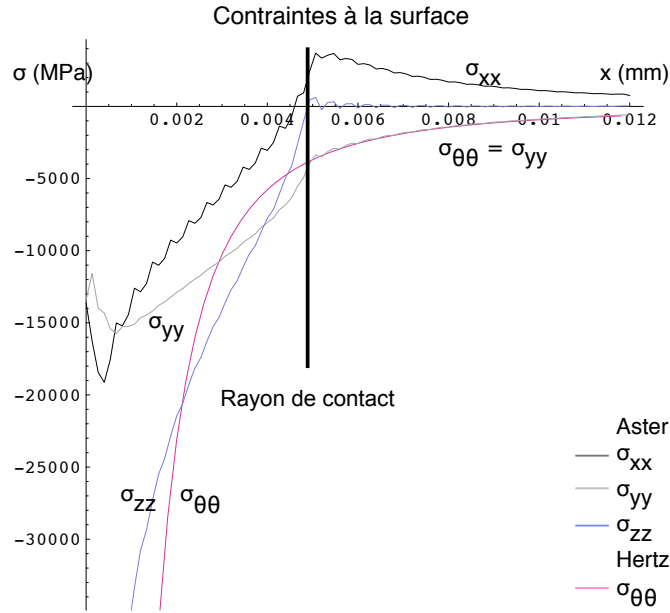


FIGURE 54 : Répartition des contraintes à la surface ( $z = 0$ ) pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER.

La forme des répartitions est différente, seule la contrainte suivant  $y$  soit celle suivant  $\theta$  dans le modèle de HANSON correspond à la solution analytique, hors de la zone de contact. Toutes les contraintes tendent rapidement vers zéro dans la zone libre.

### Contraintes le long de l'axe de symétrie

Le long de l'axe de symétrie, seule la contrainte  $\sigma_{zz}$  et la pression sont définies. Pour effectuer une comparaison, nous allons remplacer  $x = y = 0$  par  $x = y = 1.10^{-7}$  dans le calcul des contraintes d'après la solution de HANSON. Dans ce cas, tous les termes du tenseur sont définis.

#### Contrainte suivant $z$

L'écart existant entre les deux solutions vient du raffinement du maillage utilisé sous ASTER. Les deux solutions sont identiques à la finesse du maillage près (figure 55).

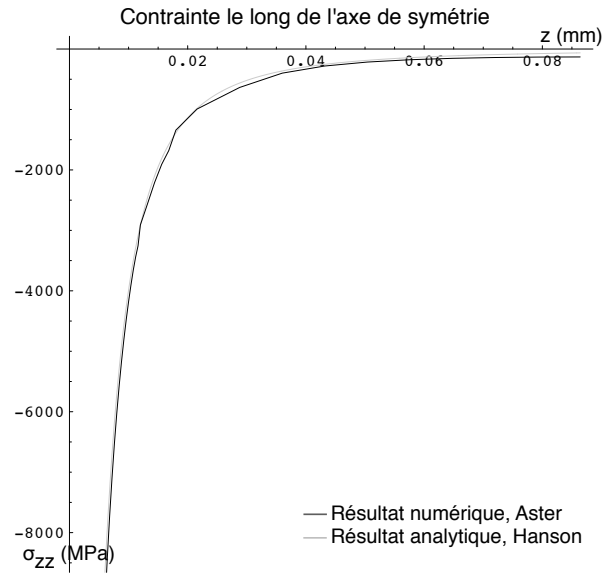


FIGURE 55 : Répartition de  $\sigma_{zz}$  le long de l'axe de symétrie ( $\rho = 0$ ), pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER.

#### Contraintes suivant x et y

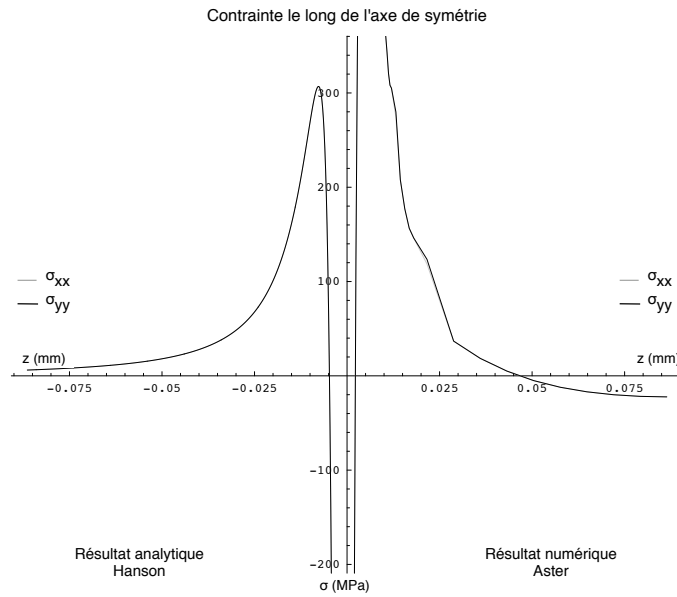


FIGURE 56 : Répartition de  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  le long de l'axe de symétrie ( $z = 0$ ), pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER.

Les deux termes,  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma_{yy}$  sont confondus pour les deux solutions. Les deux solutions présentent des maxima différents :

- Calcul ASTER  $\sigma_{max} = 685,88$  MPa en  $z_0 = 4,8$   $\mu\text{m}$
- Calcul HANSON  $\sigma_{max} = 306,88$  MPa en  $z_0 = 7,8$   $\mu\text{m}$

L'écart est de l'ordre 2. La forme générale des courbes est relativement proche. En examinant la solution de ASTER loin de la zone indentée, ses termes tendent vers zéro.

### Contrainte répartie

Les répartitions locales de contrainte ne suffisent pas à donner une idée globale des différences existant entre la solution analytique et la solution numérique. Pour cela deux comparaisons supplémentaires sont faites :

- entre les pressions ;
- entre les contraintes équivalentes de VON MISES.

Dans chacun des cas, les contraintes ont été relevées aux noeuds de la zone 1 du maillage, puis calculées en ces mêmes points pour la solution formelle. Les schémas représentent les différences en valeur absolue des deux modèles.

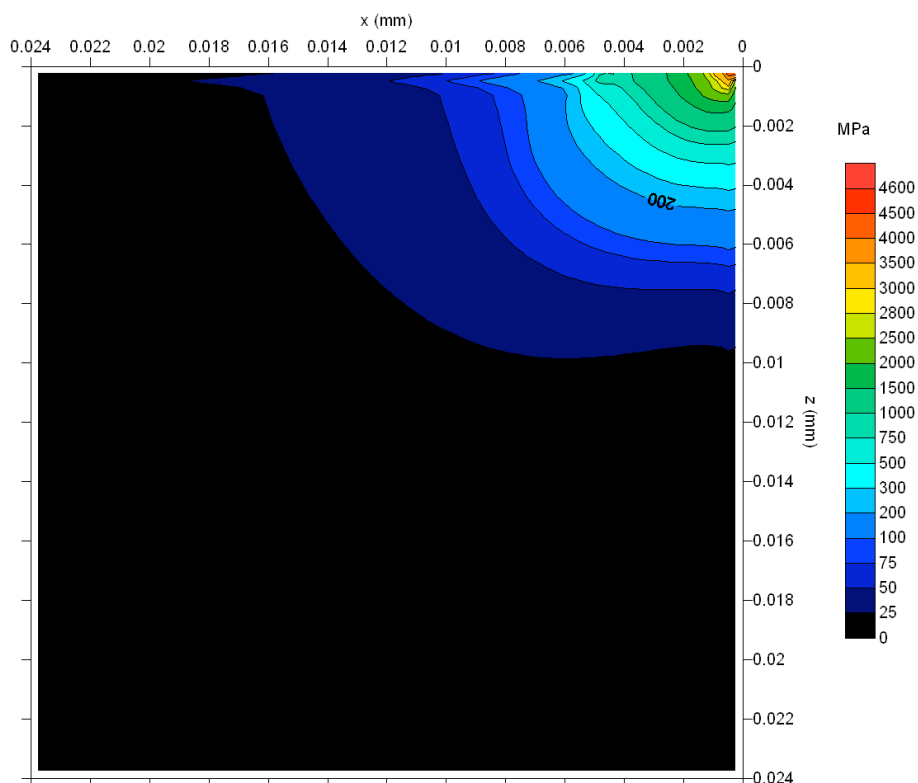


FIGURE 57 : Écart de répartition de pression entre le modèle de HANSON et une simulation ASTER.

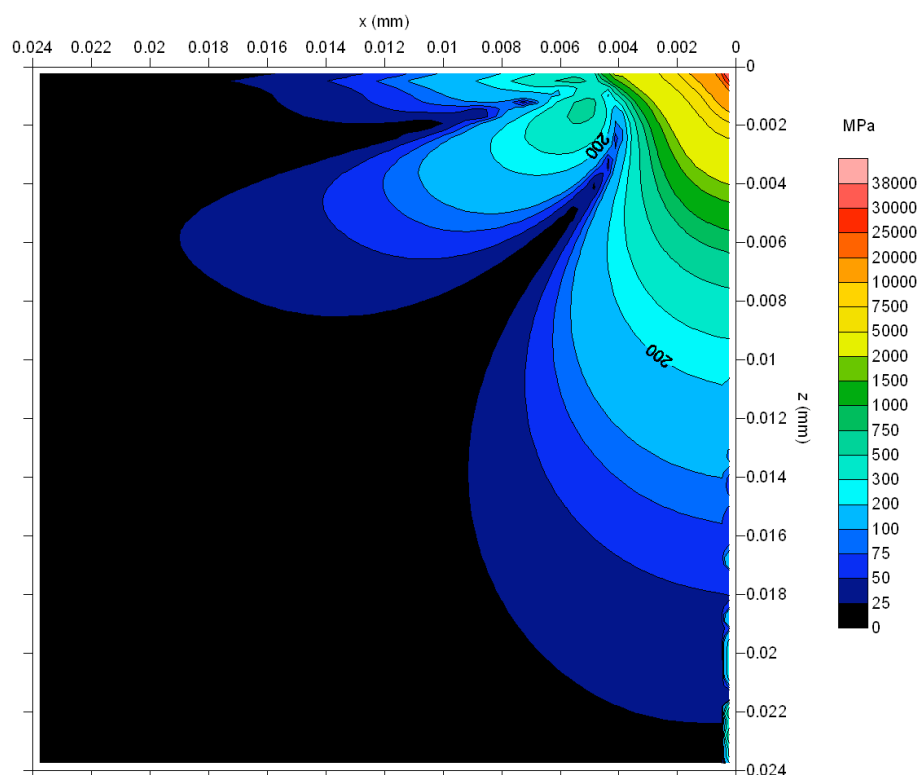


FIGURE 58 : Écart de répartition de contrainte équivalente de VON MISES entre le modèle de HANSON et une simulation ASTER.

## Conclusion

Les deux solutions sont proches pour la courbe force-déplacement ainsi que pour le calcul du rayon de contact.

A la surface, les solutions sont différentes mais avec quelques similarités. La convergence vers zéro hors de la zone de contact se fait de façon similaire pour les deux solutions.

Le long de l'axe de symétrie les solutions sont proches :

- pour la contrainte suivant  $z$ , les solutions sont identiques ;
- pour les autres contraintes, les valeurs sont différentes, toutefois la forme générale des courbes est similaire.

Les répartitions des contraintes au sein de la zone 1, soit au voisinage de l'indenteur, sont proches. Sous la pointe de l'indenteur, les écarts sont importants mais ils s'atténuent rapidement : à 0,02 mm soit à environ quatre fois le rayon de contact les écarts sont inférieurs à 25 MPa pour la contrainte équivalente de VON MISES. Pour la contrainte hydrostatique, cette valeur est atteinte à environ 2 fois le rayon de contact.

Les deux solutions donnent des résultats cohérents ; la condition de SAINT VENANT est bien vérifiée.



## 2.2 Indentation sphérique

Le modèle de HERTZ ainsi qu'une simulation effectuée sous ASTER sont confrontés, les deux solutions sont celles d'une indentation sphérique. Les déplacements et les répartitions de contraintes sont comparés.

Tout comme pour la comparaison entre la simulation numérique et la solution de HANSON, les repères utilisés ne sont pas les mêmes. La configuration est celle de la figure 52. Le système d'axe de la solution de HERTZ est gardé. Cette solution est en déformation plane, la solution d'ASTER est axisymétrique.

### Chargement

Les courbes force-déplacement obtenues pour chacun des calculs sont les suivantes :

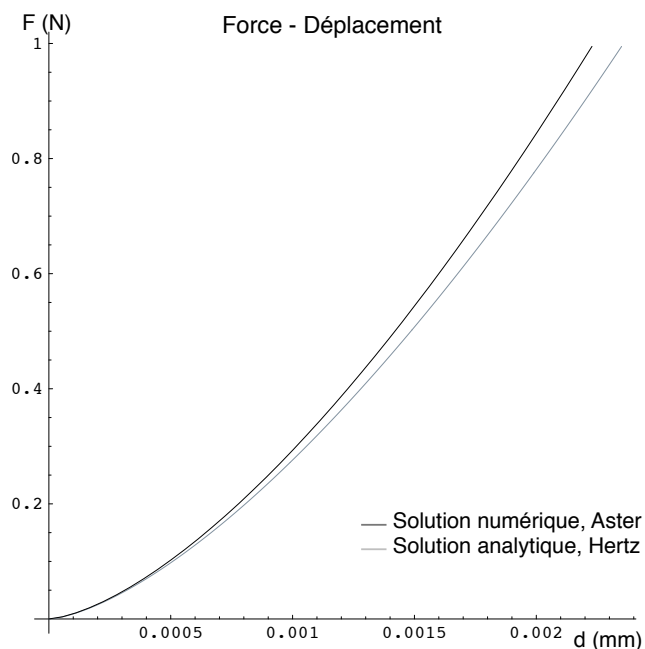


FIGURE 59 : Courbes force-déplacement issues du modèle de HERTZ et de la simulation ASTER.

Le déplacement final est de :

- Calcul ASTER **2,228  $\mu\text{m}$**
- Calcul HERTZ **2,358  $\mu\text{m}$**
- soit un écart de **5,5 %** par rapport à la solution analytique

Le rayon de contact est de :

- Calcul ASTER **4,6  $\mu\text{m}$**
- Calcul HERTZ **4,3  $\mu\text{m}$**  [GEANDIER *et al.*, 2003]
- soit un écart de **6,9 %** par rapport à la solution analytique

L'écart entre les deux fonctions (force-déplacement) est toujours du même ordre.

### Contraintes à la surface

Dans le cas de la solution de HERTZ, les contraintes sont définies par une série d'équations à la surface, le terme  $\tau_{xz}$  n'est défini.

La forme globale des contraintes est similaire, mais pour HERTZ,  $\sigma_{xx}$  n'est jamais négatif. Les extremum des solutions sont différents, la convergence vers zéro est toutefois rapide pour tous les termes.

Les valeurs des extremum sont :

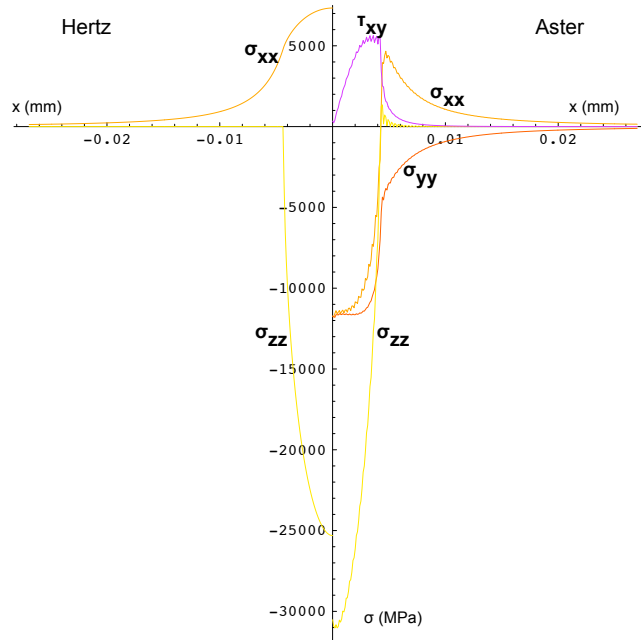


FIGURE 60 : Comparaison de la répartition des contraintes à la surface, soit en  $z = 0$ , pour le modèle de HERTZ et une simulation ASTER.

- $\sigma_{xx} = 7\,338,5$  MPa en  $z = 0$  pour HERTZ,  $-11\,780$  MPa en  $z = 0$  pour ASTER,
- $\sigma_{zz} = -25\,310$  MPa pour HERTZ,  $-30\,916$  MPa en  $z = 0$  pour ASTER.

### Contraintes le long de l'axe de symétrie

#### Contrainte suivant x et y

Les contraintes suivant x et Y sont confondues pour les deux modèles. Les évolutions sont très proches comme montré sur la figure 61, mais le maximum diffère :

- il est de **312 MPa** en  $z = 8\,\mu\text{m}$  pour la solution de HERTZ,
- il est de **571 MPa** en  $z = 5,7\,\mu\text{m}$  pour la solution donnée par ASTER.

Il est à noter que ces contraintes ne sont pas définies en  $z = 0$  avec les formules de HERTZ, il s'agit d'une forme indéterminée en  $1/r^2$ . Afin de pouvoir faire ces comparaisons, nous avons pris un  $z$  petit égal à  $1.10^{-7}$ . Il faut également noter que le long de l'axe de symétrie la contrainte  $\tau_{xy}$  est identiquement nulle.

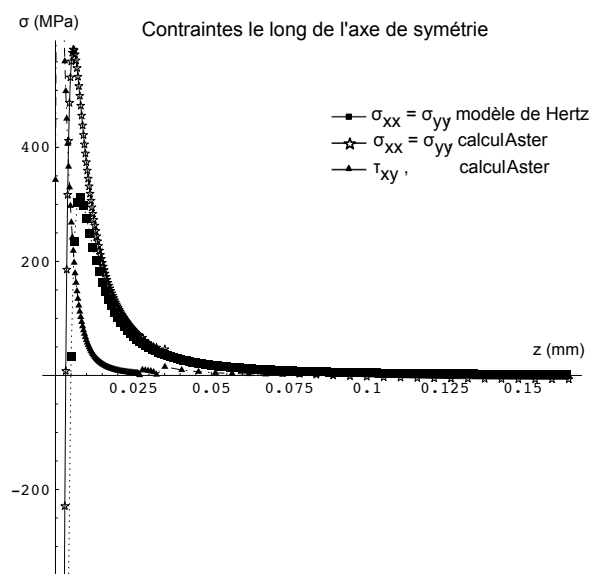


FIGURE 61 : Comparaison des répartitions de contraintes suivant x et y le long de l'axe de symétrie, soit en  $\rho = 0$  pour la le modèle de HERTZ et une simulation ASTER.

#### Contrainte suivant z

Dans ce cas, les deux contraintes sont confondues (voir figure 62).

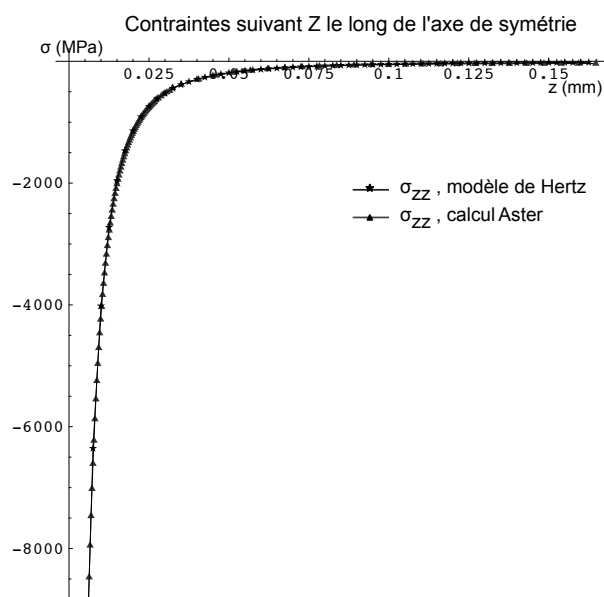


FIGURE 62 : Comparaison des répartitions de contraintes suivant x et y le long de l'axe de symétrie, soit en  $\rho = 0$  pour la le modèle de HERTZ et une simulation ASTER.

D'une façon générale, les deux solutions donnent des résultats proches.

### Contrainte répartie

Tout comme dans la partie précédente, l'étude de contraintes locales ne suffit. La comparaison entre les répartitions de pression est faite :

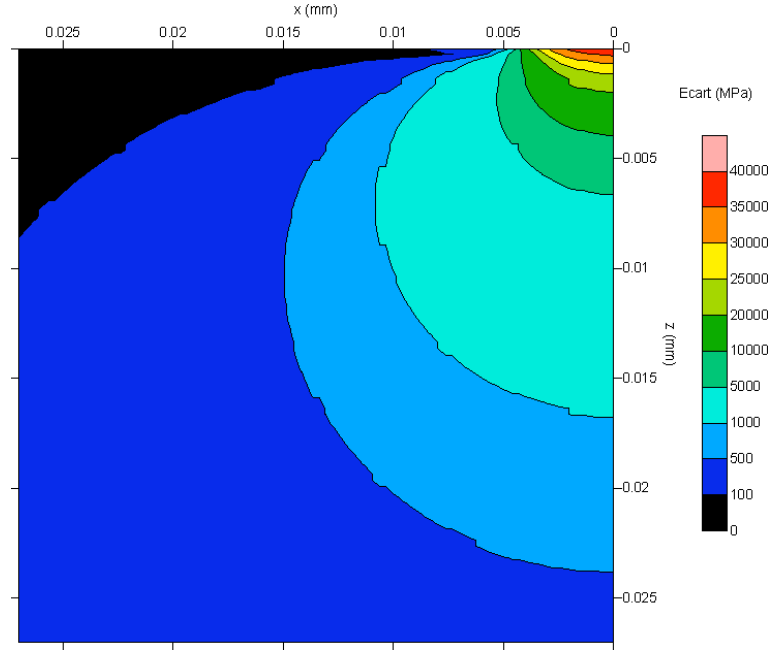


FIGURE 63 : Ecart de contrainte hydrostatique entre le modèle de HERTZ et une simulation ASTER.

Les écarts le long de l'axe sont importants et ne s'atténuent que lentement. Les écarts principaux sont sous l'indenteur, délimités par le rayon de contact.

### Estimation du volume densifié à partir de la solution de HERTZ

Dans cette partie, nous reprenons le travail qui a été réalisé dans le chapitre 1 sur les modèles analytiques et leur pendant numérique, mais avec ici le modèle de HERTZ et l'indentation sphérique. Le but est à nouveau de comparer l'estimation de volume densifiée obtenue à partir du modèle de Hertz et par la simulation numérique d'une indentation sphérique, en élasticité. La méthode de résolution est identique à celle exposée au §1.3.1.2. Rappelons l'expression du changement relatif de volume en fonction de la pression adoptée alors :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \frac{\Delta V^p}{V_0} = 0 & \text{si } p < P_0 \\ \frac{\Delta V^p}{V_0} = \frac{P_0 - p}{P_1 - P_0} \gamma & \text{si } P_1 > p > P_0 \\ \frac{\Delta V^p}{V_0} = -\gamma & \text{si } p > P_1 \end{array} \right. \quad (30)$$

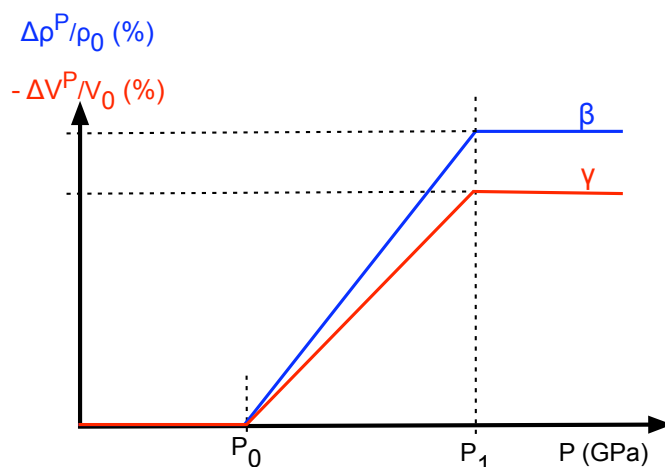


FIGURE 64 : Loi d'évolution choisie pour décrire les changements relatifs de volume et de densité en fonction de la pression

#### Estimation du volume à partir de la solution analytique

La charge choisie est de 500 mN et nous prenons un indenteur sphérique 0,5 mm de rayon. L'expression de la pression est donnée dans l'annexe 2. Accompagnée du modèle de densification déjà utilisé dans la partie 1.3.1.2, elle permet de calculer les volumes densifiés pour le verre de silice et pour le verre à vitre.

Avec le rayon d'indenteur et la charge choisis, la pression maximale est de 0,25 GPa, soit inférieur au seuil d'initiation de la densification. Il n'y a pas de densification.

#### Indentation sphérique

La charge étant différente de celle utilisée précédemment, un nouveau maillage pour une charge de 500 mN est refait, toujours sur le même modèle. Le calcul est effectué dans ce cas avec le logiciel de calcul par éléments finis, CAST3M. Le maillage comporte 8178 nœuds et 7938 éléments, les éléments sont des triangles à trois nœuds et des quadrangles à quatre nœuds. Le maillage comporte plusieurs zones afin d'avoir un plus grand raffinement dans la zone de contact et s'assurer que dix mailles minimum sont en contact à la charge maximale. Le contact est géré en deux dimensions par des éléments de types linéaires à 2 nœuds. La maillage de l'indenteur est fait avec des triangles à trois nœuds dont la densité décroît en s'éloignant de la pointe de l'indenteur, il est illustré sur la figure 65.

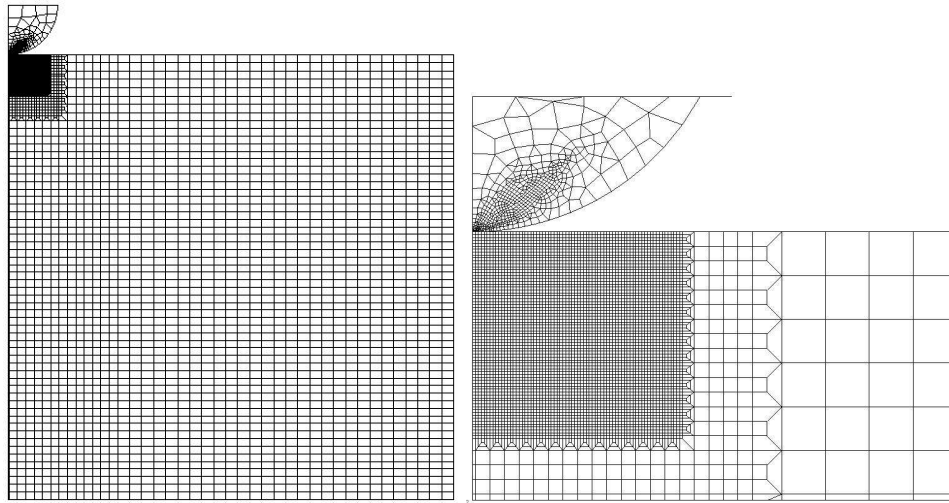
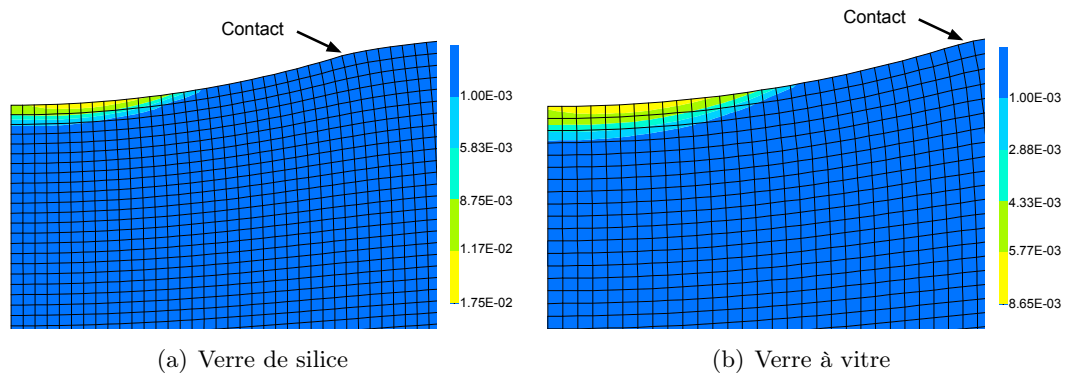


FIGURE 65 : Maillage du massif et de l'indenteur sphérique.

On remarque que pour une charge de 500 mN, il n'y a pas de densification, pour aucun des deux verres. Pour un tel indenteur, la charge minimale à appliquer pour avoir un début de densification est beaucoup plus élevée, sa répartition est très concentrée sous l'indenteur, comme le montre la figure 66.

Raffiner le maillage ne permet pas de capter plus précisément le début du phénomène.

FIGURE 66 : Répartition du volume densifié pour une indentation sphérique pour une charge de 779 N avec une taille de maille élémentaire de  $5,6 \mu\text{m}$ .

L'évolution du volume densifié pour les deux verres étudiés est illustrée sur la figure 67. Nous remarquons que le verre à vitre densifie plus précocement que le verre de silice, mais leur cinétique étant différente, la tendance s'inverse pour des charges plus élevées.

#### Comparaison et conclusion

Les deux modèles coïncident en ne prévoyant aucune densification une charge de 500 mN, avec un indenteur de 0,5 mm de rayon. La simulation par éléments finis prévoit le début de la densification pour une charge de 440 N pour le verre à vitre et de 540 N pour le verre de silice. La solution analytique ne voit pas de densification pour des charges allant jusqu'à 5000 N.

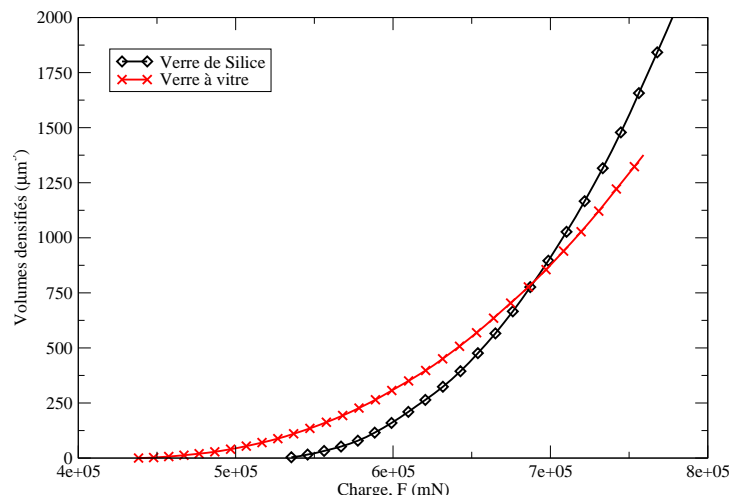


FIGURE 67 : Evolution du volume densifié suivant la charge appliquée pour les deux types de verre dans le cas d'une indentation conique.

## Conclusion

Les deux solutions offrent des réponses proches pour la courbe force-déplacement ainsi que pour le rayon de contact.

A la surface, les résultats quoique différents sont proches tant par la forme des courbes que par les valeurs.

Le long de l'axe de symétrie, les contraintes sont différentes. Les courbes ont souvent des profils similaires, mais les valeurs données par la solution de HERTZ sont nettement plus grandes que celle trouvées par une simulation avec ASTER. Cet écart est de l'ordre de  $10^4$  MPa pour la contrainte suivant  $z$ .

On retrouve cette surestimation avec l'étude des contraintes sur une surface voisine de la zone de contact. Les réponses sont proches au niveau de la surface, mais leur écart augmente quand on se rapproche de l'axe de symétrie.

Pour la contrainte hydrostatique il est de 800 MPa en  $z = 0,025$  mm soit environ 10 fois la profondeur d'indentation. L'atténuation de cet écart est très lent.

La condition de SAINT VENANT est bien vérifiée au niveau de la surface, pour la vérifier au niveau de l'axe de symétrie, la distance caractéristique doit être nettement supérieure aux dimensions caractéristiques du problème.

La mesure des volumes densifiés, qui est un problème local, est cohérente : les deux modèles s'accordent à ne pas trouver de densification sous une charge de 500 mN. En augmentant la force et/ou en diminuant le rayon, une gamme de charge et de rayon générant de la densification peut être trouvée. Malheureusement, une indentation sphérique avec une telle charge conduirait à la fissuration complète de l'échantillon avant une mesure possible de densification.

# Annexe 3 : Écriture des différents modèles de comportement implémentés

## Introduction et notations

Dans cette annexe, comporte l'écriture des lois de comportement pour les verres étudiés (verre à vitre et verre de silice). Les équations sont présentées et leur intégration décrite.

### Cadre

Nous nous plaçons sous l'hypothèse des petites perturbations, noté H.P.P., le comportement est indépendant du temps physique et nous le prenons de plus isotherme. Dans cette introduction, les différentes étapes sont expliquées et les notations définies. Ces explications sont celles données dans le chapitre 2, au §2.2.1, mais nous les répétons ici pour la clarté de l'annexe. Ainsi, seules les différentes équations seront écrites pour chacun des modèles qui suivent, sans autre explication.

### Variables thermodynamiques

- Variables observables :  $\underline{\varepsilon}$  la déformation linéarisée telle que

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i}) \text{ où } \underline{u} \text{ est le champ de déplacement}$$
$$(i, j) \in \{1, 2, 3\}^2$$

- Variables internes :

$\underline{\varepsilon}^e$ , la partie élastique des déformations,  
 $\underline{\varepsilon}^p$ , la partie permanente des déformations,  
 $\alpha$ , le « écoulement » ;

Ainsi, en H.P.P., nous avons  $\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^p$  et  $\alpha = 0$  en l'absence de densification, soit pour  $\rho = \rho_0$ ,  $\alpha = 1$  quand la densification sature, soit pour  $\rho = \rho_1$ . En résumé, nous devons vérifier  $0 \leq \alpha \leq 1$ .

Un couplage existe entre  $\alpha$  et  $\underline{\varepsilon}^p$  car  $\alpha = \frac{\text{tr}(\underline{\varepsilon}^p)}{\gamma}$  où  $\gamma$  est le seuil de saturation de la densification (cf. équation 1.6). Or, sous l'hypothèse des petites perturbations nous avons



la première des égalités suivantes :

$$\text{tr } \xi^p = \frac{\Delta V^p}{V_0} = - \frac{\frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}}{1 + \frac{\Delta \rho^p}{\rho_0}} \quad (31)$$

### Énergie de déformation élastique

Nous postulons l'existence d'une énergie volumique de déformation élastique convexe,  $w$ , et nous effectuons un découpage entre l'élasticité macroscopique (premier terme lié à  $\xi^e$ ) et le « écoulement » (second terme lié à  $\alpha$ ).

$$w(\xi, \xi^p, \alpha) = \frac{1}{2}(\xi - \xi^p) : \underset{\sim}{C} : (\xi - \xi^p) + \frac{1}{2} \frac{(P_0 + \alpha(P_1 - P_0))^2}{P_1 - P_0} \quad (32)$$

où  $\underset{\sim}{C}$  est le tenseur des rigidités élastiques, isotrope dans notre cas.

### Lois d'état

Les lois d'état relient variables thermodynamiques et forces thermodynamiques via l'énergie de déformation élastique, notée ici  $w$ , fonction des variable d'état et des variables internes. Le tenseur des contraintes de CAUCHY,  $\mathcal{G}$  est lié à  $\xi$ ,  $\xi^e$  et  $-\xi^p$  ;  $A$  est lié à  $-\alpha$ , le terme d'écrouissage. On écrit alors :

$$\begin{cases} \mathcal{G} = \frac{\partial w}{\partial \xi} & = \underset{\sim}{C} : (\xi - \xi^p) \\ A = -\frac{\partial w}{\partial \alpha} & = -(P_0 + \alpha(P_1 - P_0)) \end{cases} \quad (33)$$

### Surface de charge

La surface de charge,  $f = 0$ , délimite le domaine élastique dans l'espace des forces thermodynamiques  $(\mathcal{G}, A)$ . Le critère de limite élastique à seuil retenu est :

$$\begin{aligned} f(\mathcal{G}, A) &= -\frac{1}{3}(\text{tr } \mathcal{G}) - (-A) \leq 0 \\ \text{soit } f(\mathcal{G}, A) &= p - A \leq 0 \end{aligned} \quad (34)$$

### Lois d'évolution

Le comportement irréversible s'écrit à partir d'un potentiel de dissipation,  $g$ , convexe, qui donne l'évolution des variables internes (la déformation plastique et l'écrouissage). Dans le cas d'un écoulement normal, ce pseudo potentiel est égal à la fonction de charge,  $f$ . Les lois d'évolution sont formées par la normalité à la fonction de charge dans ce cas. Les relations sont les suivantes :

$$\begin{cases} g = p + \frac{1}{\gamma} A \\ \dot{\xi}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial g}{\partial \xi} \\ \dot{\alpha} = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial A} \end{cases} \quad (35)$$

La direction de l'écoulement est donnée par  $\frac{\partial g}{\partial \underline{\sigma}}$ .

$\dot{\lambda}$  est le multiplicateur « plastique », il correspond à l'intensité de l'écoulement et doit respecter les conditions de KUHN et TUCKER, c'est-à-dire vérifier  $\dot{\lambda} \geq 0 \quad f \leq 0 \quad \dot{\lambda}f = 0$  [LEMAÎTRE et CHABOCHE, 1985].

### Discretisation temporelle des équations

Les équations étant non linéaires, nous avons recours à une intégration numérique temporelle. Pour cela, on discrétise le chargement imposé en déformation  $\underline{\varepsilon}$ . On suppose que les champs numériques sont connus au pas  $\mathbf{n}$  ( $\underline{\sigma}_n, \underline{\varepsilon}^e, \underline{\varepsilon}^p, \alpha_n, A_n$ ) et on cherche à les connaître au pas  $\mathbf{n} + 1$  tel que  $\underline{\varepsilon}_{n+1} = \underline{\varepsilon}_n + \Delta \underline{\varepsilon}$ .

La méthode de résolution est une méthode de type prédiction élastique / correction plastique ; elle est illustrée sur la figure 2.6.

Nous supposons donc tout d'abord que  $\underline{\varepsilon}_{n+1}^e = \underline{\varepsilon}_n^e + \Delta \underline{\varepsilon}$ , *i.e.* que l'incrément de déformation n'est qu'élastique. La contrainte prédite est alors  $\underline{\sigma}_{n+1}^* = \underline{C} : \underline{\varepsilon}_{n+1}^e$  de pression associée  $p_{n+1}^*$  et  $\alpha_{n+1} = \alpha_n$ .

Si  $f(\underline{\sigma}_{n+1}^*, A_n) < 0$  alors la prédiction élastique est correcte et les variables sont connues au pas  $\mathbf{n} + 1$ .

Dans le cas contraire, il faut effectuer une correction plastique en utilisant un schéma itératif de type NEWTON-RAPHSON ou RETOUR RADIAL suivant la loi de comportement. Pour les différents lois de comportement, l'écriture discrète des équations, et de l'algorithme de résolution est décrite ci-après sachant que :

- $\Delta x$  désigne l'incrément de la quantité  $x$  entre les pas  $\mathbf{n}$  et  $\mathbf{n} + 1$  ;
- $\delta x$  désigne l'incrément de la quantité  $x$  au pas  $\mathbf{n} + 1$  entre les itérations  $\mathbf{i}$  et  $\mathbf{i} + 1$ .

### Correction plastique au pas $\mathbf{n}+1$ entre itérations $\mathbf{i}$ et $\mathbf{i} + 1$

La discrétisation temporelle nous permet de calculer les résidus nécessaire à la résolution de notre algorithme. Le plus souvent, deux résidus suffisent, un pour la contrainte, l'autre pour la fonction de charge. S'ils sont petits, en déterminant  $\Delta \lambda$  nous pouvons déduire toutes les autres variables au pas  $\mathbf{n}+1$ . La méthode de NEWTON-RAPHSON ou du RETOUR RADIAL nous permet d'écrire les résidus au pas  $\mathbf{n}+1$  entre itérations  $\mathbf{i}$  et  $\mathbf{i} + 1$ , que nous cherchons à annuler à l'itération  $\mathbf{i} + 1$ . Ces égalités écrites, il ne reste qu'à résoudre le système linéaire ainsi obtenu et à calculer les différents incréments.

Les champs mécaniques au pas  $\mathbf{n} + 1$ , à l'itération  $\mathbf{i} + 1$  sont alors recalculés.

Si  $f(\underline{\sigma}_{n+1}^{i+1}, A_{n+1}^{i+1}) < \text{TOL}$  où TOL est un nombre petit ( $10^{-6}$  dans notre cas), l'algorithme a convergé et on peut supprimer l'exposant  $i + 1$ .

Sinon,  $i \leftarrow i + 1$  et le processus est réitéré jusqu'à converger.

## 1. Loi de comportement de type VON MISES

La première loi à avoir été écrite est une loi élastique parfaitement plastique avec une limite élastique en cisaillement,  $k_0$ . Elle porte le numéro ① la figure 2.5.

Cette loi existe par défaut dans tous les codes de calculs par éléments finis. Dans la démarche de modélisation adoptée ici, il a été nécessaire de la réécrire. Nous nous sommes assuré que notre formulation et celle existant par défaut sous CAST3M donnent des résultats identiques.

### Équations constitutives

$$\begin{cases} \underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^p) \\ \dot{\underline{\varepsilon}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \dot{\lambda} \underline{r} \\ f(\underline{\sigma}, k_0) = \sqrt{J_2^s} - k_0 \geq 0 \end{cases} \quad (36)$$

avec  $k_0$ , la limite élastique en cisaillement telle que  $k_0 = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}}$ .

### Discretisation temporelle

$$\begin{cases} \underline{\sigma}_{n+1} &= \underline{\underline{C}} : (\underline{\varepsilon}_{n+1} - \underline{\varepsilon}_{n+1}^p) \\ &= \underline{\sigma}_{n+1}^* - \Delta\lambda \underline{\underline{C}} : \underline{r}_{n+1} \\ \underline{\varepsilon}_{n+1}^p &= \underline{\varepsilon}_n^p + \Delta\lambda \underline{r}_{n+1} \\ f_{n+1}(\underline{\sigma}, k_0) &= \sqrt{J_2^{s_{n+1}}} - k_0 \geq 0 \end{cases} \quad (37)$$

avec  $\underline{\sigma}_{n+1}^*$ , la prédiction élastique égale à  $\underline{\underline{C}} : (\underline{\varepsilon}_{n+1} - \underline{\varepsilon}_n^p)$  et  $\underline{r}_{n+1} = (\underline{\underline{C}} : \underline{s}_{n+1}^j) / (2\sqrt{J_2^{s_{n+1},j}})$ .

### Écriture des résidus au pas $n + 1$

Les résidus sont calculés avec l'algorithme de RETOUR RADIAL.

$$\begin{cases} \underline{K}_\sigma(\underline{\sigma}_{n+1}, \Delta\lambda) &= \underline{\sigma}_{n+1} - \underline{\sigma}_{n+1}^* + \Delta\lambda \underline{\underline{C}} : \underline{r}_{n+1} \\ \underline{K}_f(\underline{\sigma}_{n+1}) &= f_{n+1} \\ &= \sqrt{J_2^{s_{n+1}}} - k_0 \end{cases} \quad (38)$$

### Correction plastique au pas $n + 1$ entre les itérations $i$ et $i + 1$

$$\begin{cases} \underline{K}_\sigma^{n+1,i+1} = \underline{K}_\sigma^{n+1,i} + \left[ \frac{\partial \underline{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \underline{\sigma}_{n+1}} \right]_i : \delta \underline{\sigma}_{n+1} + \left[ \frac{\partial \underline{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \Delta\lambda} \right]_i \times \delta \Delta\lambda = 0 \\ \underline{K}_f^{n+1,i+1} = \underline{K}_f^{n+1,i} + \left[ \frac{\partial \underline{K}_f^{n+1}}{\partial \delta \sigma^{n+1}} \right]_i \times \delta \sigma^{n+1} = 0 \end{cases} \quad (39)$$

Dans ce cas, nous avons :  $\left[ \frac{\partial \underline{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \underline{\sigma}_{n+1}} \right]_i = \underline{\underline{I}} + \Delta\lambda \underline{\underline{C}} : \frac{\partial \underline{r}_{n+1}^i}{\partial \sigma_{n+1}^i}$  et  $\left[ \frac{\partial \underline{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \Delta\lambda} \right]_i = \underline{\underline{C}} : \underline{r}_{n+1}^i$ .

Après calcul, on obtient

$$\begin{cases} \delta\lambda = \frac{f_{n+1}^i}{r_{n+1}^i : \tilde{\tilde{C}} : r_{n+1}^i} \\ \delta\tilde{\sigma}_{n+1} = -\delta\lambda \tilde{\tilde{C}} : r_{n+1}^i \end{cases} \quad (40)$$

## 2. Loi de densification avec seuil

La second loi à être écrite, est la loi ② de la figure 2.5. C'est une loi élastique parfaitement plastique avec une limite en pression,  $P_0$ .

### Équations constitutives

$$\begin{cases} \tilde{\sigma} = \tilde{\tilde{C}} : (\tilde{\varepsilon} - \tilde{\varepsilon}^p) \\ \dot{\tilde{\varepsilon}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \tilde{\sigma}} \\ f(\tilde{\sigma}; P_0) = -\frac{1}{3} (\text{tr } \tilde{\sigma}) - P_0 \geq 0 \end{cases} \quad (41)$$

### Discretisation temporelle

$$\begin{cases} \tilde{\sigma}_{n+1} &= \tilde{\tilde{C}} : (\tilde{\varepsilon}_{n+1} - \tilde{\varepsilon}_{n+1}^p) \\ &= \tilde{\sigma}_{n+1}^* - \tilde{\tilde{C}} : \Delta\tilde{\varepsilon}^p \\ \Delta\tilde{\varepsilon}^p &= \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \tilde{\sigma}}|_{n+1} \quad \text{integration implicite pure} \\ &= -\frac{1}{3} \Delta\lambda \dot{\tilde{\varepsilon}} \\ f(\tilde{\sigma}; P_0) &= p_{n+1}^* - \frac{1}{9} \Delta\lambda \text{tr}(\tilde{\tilde{C}} : \dot{\tilde{\varepsilon}}) - P_0 \leq 0 \\ &= p_{n+1}^* - K \Delta\lambda - P_0 \leq 0 \end{cases} \quad (42)$$

car  $\tilde{\tilde{C}} : \dot{\tilde{\varepsilon}} = 3K\dot{\tilde{\varepsilon}}$  avec  $K$  le module de compressibilité.

### Ecriture des résidus au pas $n+1$

$$\begin{cases} K_\sigma = K_\sigma(\tilde{\sigma}_{n+1}, \Delta\lambda) = \tilde{\sigma}_{n+1} - \tilde{\sigma}_{n+1}^* - K \Delta\lambda \\ K_f = f = K_f(\Delta\lambda) = p_{n+1}^* - K \Delta\lambda - P_0 \end{cases} \quad (43)$$

### Correction plastique au pas $n+1$ entre les itérations $i$ et $i+1$

Méthode de NEWTON-RAPHSON

$$\begin{cases} K_\sigma^{n+1, i+1} = K_\sigma^{n+1, i} + \left[ \frac{\partial K_\sigma^{n+1}}{\partial \tilde{\sigma}_{n+1}} \right]_i : \delta\tilde{\sigma}_{n+1} + \left[ \frac{\partial K_\sigma^{n+1}}{\partial \Delta\lambda} \right]_i \times \delta\Delta\lambda \\ K_f^{n+1, i+1} = K_f^{n+1, i} + \left[ \frac{\partial K_f^{n+1}}{\partial \Delta\lambda} \right]_i \times \delta\Delta\lambda \end{cases} \quad (44)$$

ce qui donne après calcul

$$\begin{cases} \delta \mathcal{G}_{n+1} - K \delta \Delta \lambda = -K_{\sigma}^{n+1,i} \\ K \Delta \lambda = K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (45)$$

et en terme de pression

$$\begin{cases} \delta p_{n+1} + K \delta \Delta \lambda = \frac{1}{3} \text{tr} K_{\sigma}^{n+1,i} \\ K \delta \Delta \lambda = K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (46)$$

Le système obtenu est linéaire.

Il s'agit d'un système d'équations scalaires que l'on résout directement :

$$\begin{cases} \delta \Delta \lambda = \frac{K_f^{n+1,i}}{K} \\ \delta p_{n+1} = \frac{1}{3} \text{tr} K_{\sigma}^{n+1,i} - K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (47)$$

### 3. Loi de densification avec seuil, écrouissage linéaire et saturation

Cette loi, notée loi ③ sur la figure 2.5 sert à mettre en place le « écrouissage ». Elle est déjà développée dans le mémoire, au §2.2 du chapitre 2. Elle n'est donc pas réécrite dans cette annexe.

### 4. Loi de densification avec seuil, écrouissage linéaire et saturation, modèle couplé

Les mêmes hypothèses que pour la loi ③, écrites au §2.2 sur le paramètre d'écrouissage sont prises. Il s'agit de la même loi, mais avec la mise en place du couplage élasticité-densification.

Par un souci de simplicité, le module d'YOUNG et le coefficient de POISSON ont le même seuil  $P_0$  et la même saturation  $P_1$  que la densification.

De cette façon, leurs évolutions sont directement corrélées à celle de la densification, ce qui est physiquement satisfaisant. On suppose également, par souci de simplicité uniquement, que leurs évolutions sont linéaires, fonction de  $\alpha$ . Dans ce qui suit, on a besoin des évolutions, non pas de  $E$  et  $\nu$  mais de  $\lambda$ , de  $\mu$  et de  $K$ .

Les équations constitutives de ce modèle sont les suivantes sachant que les différentes variables thermodynamiques ont été définies au paragraphe 2.2.1.2 du chapitre 2. Les équations qui composent ce modèle sont écrites ci-après.

#### Potentiel thermodynamique

$$w(\xi, \xi^p, \alpha) = \frac{1}{2} (\xi - \xi^p) : \mathcal{C}(\beta) : (\xi - \xi^p) + \frac{1}{2} \frac{(P_0 + \alpha(P_1 - P_0))^2}{P_1 - P_0} \quad (48)$$

**Lois d'état**

$$\left\{ \begin{array}{l} \boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial w}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} = \underset{\sim}{C}(\beta) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p) \\ A = -\frac{\partial w}{\partial \alpha} = -(P_0 + \alpha(P_1 - P_0)) \\ B = -\frac{\partial w}{\partial \beta} = -\frac{1}{2}\boldsymbol{\varepsilon}^e : \underset{\sim}{C}'(\beta) : \boldsymbol{\varepsilon}^e \end{array} \right. \quad (49)$$

avec  $\underset{\sim}{C}(\beta) = 3k(\beta)\underset{\sim}{K} + 2\mu(\beta)\underset{\sim}{J}$

**Lois d'évolution**

$$\left\{ \begin{array}{l} g = p + \frac{1}{\gamma}(A + B) \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial g}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \\ \dot{\alpha} = \dot{\lambda} \frac{\partial g}{\partial A} \\ \dot{\beta} = \dot{\lambda} \frac{\partial g}{\partial B} = \dot{\alpha} \end{array} \right. \quad (50)$$

Nous pouvons donc nous limiter à l'étude de l'évolution de  $\alpha$ , les équations sont alors similaires à celles que l'on avait pour un modèle sans évolution des propriétés élastiques.

**Surface de charge**

$$f(\boldsymbol{\sigma}, A) = -\frac{1}{3}(\text{tr } \boldsymbol{\sigma}) - (-A) \leq 0 \quad (51)$$

ce qui donne après calcul

$$\left\{ \begin{array}{l} \boldsymbol{\sigma} = \underset{\sim}{C} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^p) \\ A = -(P_0 + \alpha(P_1 - P_0)) \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = -\frac{1}{3}\dot{\lambda} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} \\ \dot{\alpha} = \dot{\lambda} \gamma^{-1} \end{array} \right. \quad (52)$$

### Discrétisation temporelle

Avec les notations habituelles on écrit :

$$\left\{ \begin{array}{lcl} \varrho_{n+1} & = & \tilde{C}(\alpha_{n+1}) : (\varepsilon_{n+1} - \varepsilon_{n+1}^p) \\ & = & \tilde{C}(\alpha_{n+1}) : (\varepsilon_n^e + \Delta\varepsilon - \tilde{C}(\alpha_{n+1}) : \Delta\varepsilon^p) \\ & = & \tilde{C}(\alpha_{n+1}) : \tilde{E}_n + K(\alpha_{n+1}) \Delta\lambda \dot{\imath} \\ & = & \lambda(\alpha_{n+1}) \text{tr}(\tilde{E}_n) \dot{\imath} + 2\mu(\alpha_{n+1}) \tilde{E}_n + K(\alpha_{n+1}) \Delta\lambda \dot{\imath} \\ & = & \lambda(\alpha_{n+1}) \text{tr}(\tilde{E}_n) \dot{\imath} + 2\mu(\alpha_{n+1}) \tilde{E}_n + K(\alpha_{n+1}) \gamma \Delta\alpha \dot{\imath} \\ \Delta\varepsilon^p & = & \Delta\lambda \frac{\partial f}{\partial \varrho_{n+1}} \\ & = & -\frac{1}{3} \Delta\lambda \dot{\imath} \quad \text{intégration implicite pure} \\ f(\varrho_{n+1}; A_{n+1}) & = & p_{n+1} + A_{n+1} \\ & = & -((\lambda(\alpha_{n+1}) + 2\mu(\alpha_{n+1})/3) \text{tr}(\tilde{E}_n) + K(\alpha_{n+1}) \Delta\lambda) + A_n - \Delta\alpha (P_1 - P_0) \\ & = & -K(\alpha_{n+1}) (\gamma \Delta\alpha + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + A_n - \Delta\alpha (P_1 - P_0) \\ A_{n+1} & = & -(P_0 + \alpha_{n+1} (P_1 - P_0)) = A_n - \Delta\alpha (P_1 - P_0) \\ \Delta\alpha & = & \Delta\lambda \gamma^{-1} \end{array} \right. \quad (53)$$

car  $\tilde{C} : \dot{\imath} = 3K \dot{\imath}$  où  $K$  est le module de compressibilité. On pose  $\tilde{E}_n = \varepsilon_n^e + \Delta\varepsilon$ , avec  $K = \lambda + 2\mu/3$ .

### Écriture des résidus au pas $n+1$

Deux résidus suffisent, un pour la contrainte, l'autre pour la fonction de charge. S'ils sont petits, alors on a déterminé  $\Delta\lambda$ , toutes les autres variables au pas  $n+1$  s'en déduisent.

$$\left\{ \begin{array}{l} K_\sigma = K_\sigma(\varrho_{n+1}, \Delta\alpha) = \varrho_{n+1} - \lambda(\alpha_{n+1}) \text{tr}(\tilde{E}_n) \dot{\imath} - 2\mu(\alpha_{n+1}) \tilde{E}_n - K(\alpha_{n+1}) \gamma \Delta\alpha \dot{\imath} \\ K_f = f = K_f(\Delta\alpha) = -K(\alpha_{n+1}) (\gamma \Delta\alpha + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + A_n - \Delta\alpha (P_1 - P_0) \end{array} \right. \quad (54)$$

**Correction plastique au pas  $n + 1$  entre itérations  $i$  et  $i + 1$** 

Méthode de NEWTON-RAPHSON

$$\begin{cases} \tilde{K}_\sigma^{n+1,i+1} = \tilde{K}_\sigma^{n+1,i} + [\frac{\partial \tilde{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \tilde{\sigma}_\sigma^{n+1}}]_i : \delta \tilde{\sigma} + [\frac{\partial \tilde{K}_\sigma^{n+1}}{\partial \Delta \alpha}]_i \times \delta \Delta \alpha \\ K_f^{n+1,i+1} = K_f^{n+1,i} + [\frac{\partial K_f^{n+1}}{\partial \Delta \alpha}]_i \times \delta \Delta \alpha \end{cases} \quad (55)$$

ce qui donne après calcul :

$$\begin{cases} \delta \tilde{\sigma} - \left\{ ([\frac{\partial \lambda}{\partial \Delta \alpha}]_i \text{tr}(\tilde{E}_n) + [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i \gamma \Delta \alpha^i + K(\Delta \alpha) \gamma) \tilde{I} + 2 [\frac{\partial \mu}{\partial \Delta \alpha}]_i \tilde{E}_n \right\} \delta \Delta \alpha = -\tilde{K}_\sigma^{n+1,i} \\ \left\{ [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma + (P_1 - P_0) \right\} \delta \Delta \alpha = K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (56)$$

et en terme de pression

$$\begin{cases} \delta p + \left\{ [\frac{\partial \lambda}{\partial \Delta \alpha}]_i \text{tr}(\tilde{E}_n) + [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i \gamma \Delta \alpha^i + K(\alpha_{n+1}) \gamma + 2/3 [\frac{\partial \mu}{\partial \Delta \alpha}]_i \text{tr}(\tilde{E}_n) \right\} \delta \Delta \alpha = \frac{1}{3} \text{tr} \tilde{K}_\sigma^{n+1,i} \\ \left\{ [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma + (P_1 - P_0) \right\} \delta \Delta \alpha = K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (57)$$

ou encore

$$\begin{cases} \delta p + \left\{ [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma \right\} \delta \Delta \alpha = \frac{1}{3} \text{tr} \tilde{K}_\sigma^{n+1,i} \\ \left\{ [\frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha}]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma + (P_1 - P_0) \right\} \delta \Delta \alpha = K_f^{n+1,i} \end{cases} \quad (58)$$



### Correction plastique : résolution

La résolution est aisée car le système linéaire obtenu est un système d'équations scalaires que l'on peut résoudre directement sans avoir à passer par un algorithme.

$$\left\{ \begin{array}{l} \delta \Delta \alpha = \frac{K_f^{n+1,i}}{\left[ \frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha} \right]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma + (P_1 - P_0)} \\ \delta p = \frac{1}{3} \text{tr} K_{\sigma}^{n+1,i} - \left\{ \left[ \frac{\partial K}{\partial \Delta \alpha} \right]_i (\gamma \Delta \alpha^i + \text{tr}(\tilde{E}_n)) + K(\alpha_{n+1}) \gamma \right\} \delta \Delta \alpha \end{array} \right. \quad (59)$$

En prenant des évolutions linéaires des coefficients élastiques en fonction du niveau de densification, une partie des dérivées deviennent des constantes, les autres prennent des expressions simples.

L'évolution de  $E$  se fait de 70 à 120 GPa, celle de  $\nu$  de 0,15 à 0,25. On en déduit celles des autres modules et leurs dérivées ; en l'occurrence seule celle de  $K$  est nécessaire.

La dérivée de  $K$  par rapport à  $\alpha$  n'est pas linéaire, on a

$$\begin{aligned} \frac{d K}{d \alpha} &= \frac{d \frac{E}{3(1-2\nu)}}{d \alpha} \\ &= \frac{E_2(1-2\nu_1) - E_1(1-2\nu_2)}{3(1-2\nu)^2} \end{aligned} \quad (60)$$

sachant que  $E = E(\alpha) = E_1 + \alpha(E_2 - E_1)$  et  $\nu = \nu(\alpha) = \nu_1 + \alpha(\nu_2 - \nu_1)$  avec les indices 1 et 2 respectivement pour le seuil et la saturation.

# Bibliographie

- ARORA A., MARSHALL D., LAWN B. et SWAIN M., « Indentation deformation/fracture of normal and anomalous glasses », *J Non-Cryst Solids*, 1979, t. 31, p. 415–428.
- BOUSSINESQ, *Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques*. Gauthier-Villars, 1885.
- BRIDGMAN P. et ŠIMON I., « Effects of very high pressures on glass », *J Appl Phys*, 1953, t. 24, n° 4, p. 405–413.
- CHRISTIANSEN E., KISTLER S. et GOGARTY W., « Irreversible compressibility of silica glass as a means of determining the distribution of force in high-pressure cells », *J Am Ceram Soc*, 1962, t. 45, n° 4, p. 172–177.
- COHEN H. et ROY R., « Effects of ultrahigh pressures on glass », *J Am Ceram Soc*, 1962a, t. 44, n° 10, p. 523–524.
- COHEN H. et ROY R., « Reply to "comments on 'effects of ultrahigh pressures on glass' " », *J Am Ceram Soc*, 1962b, p. 398–399.
- DELLA VALLE R. et VENUTI E., « High-pressure densification of silica glass : A molecular-dynamics study », *Phys Rev B*, 1996, t. 54, n° 6, p. 3809–3816.
- ERNSBERGER F., « Role of densification in deformation of glasses under point loading », *J Am Ceram Soc*, 1968, t. 51, p. 545–547.
- FABRIKANT V., *Applications of potential theory in mechanics : A selection of new results*. Kluwer Academic Publishers, 1989.
- FISCHER-CRIPPS A., *Introduction to Contact Mechanics*. Springer, deuxième éd., 2007.
- GEANDIER G., DENIS S. et MOCELLIN A., « Float glass fracture toughness determination by hertzian contact : experiments and analysis », *J Non-Cryst Solids*, 2003, t. 318, p. 284–285.
- GIANNAKOPOULOS A. et LARSSON P.L., « Analysis of pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics », *Mechanics of Materials*, 1997, t. 25, n° 1, p. 1–35.
- GREAVES G. et SEN S., « Inorganic glasses, glass-forming liquids and amorphizing solids », *Adv Phys*, 2007, t. 56, n° 1, p. 1–166.
- HAGAN J., « Shear deformation under pyramidal indentations in soda-lime glass », *J Mater Sci*, 1980, t. 15, n° 6, p. 1417–1424.
- HANSON M., « The elastic field for conical indentation including sliding friction for transverse isotropy », *J Appl Mech*, 1992.

- HEMLEY R., MAO H., BELL P. et MYSEN B., « Raman-spectroscopy of SiO<sub>2</sub> glass at high-pressure », *Phys Rev Lett*, 1986, t. 57, n° 6, p. 747–750.
- HUBER M., *Annalen der Physik*. Johann Ambrosius Barth, 1904.
- IMAOKA M. et YASUI I., « Finite element analysis of indentation on glass », *J Non-Cryst Solids*, 1976, t. 22, n° 2, p. 315–329.
- JI H., *Mécanique et physique de l'indentation du verre*. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, 2007.
- JI H., KERYVIN V., ROUXEL T. et HAMMOUDA T., « Densification of window glass under very high pressure and its relevance to vickers indentation », *Scripta Mater*, 2006, t. 55, p. 1159–1162.
- JOHNSON K., *Contact Mechanics, Point loading of an elastic half-space*. Cambridge University Press, 1999.
- KERMOUCHE G., BARTHEL E., VANDEMBROUCQ D. et DUBUJET P., « Mechanical modeling of indentation-induced densification in amorphous silica », *Acta Mater*, 2008, t. 56, p. 3222–3228.
- KERYVIN V., « Indentation as a probe for pressure sensitivity », *J Phys : Cond Matter*, 2008, t. 20, n° 114119.
- KERYVIN V., PRASAD K., GUEGUEN Y., SANGLEBŒUF J.C. et RAMAMURTY U., « Temperature dependence of mechanical properties and pressure sensitivity in metallic glasses below glass transition », *Phil Mag*, 2008, t. 88, n° 12, p. 1773–1790.
- KICHENIN J. et CHARRAS T., 2003. *Implantation d'une nouvelle loi de comportement / Loi de comportement mécanique*. Cast3M - Commissariat à l'Énergie Atomique. SEMT/LM2S.
- KURKJIAN C., GUPTA P., BROW R. et LOWER N., « The intrinsic strength and fatigue of oxide glasses », *J Non-Cryst Solids*, 2003, t. 316, p. 114–124.
- LAMBROPOULOS J., XU S. et FANG T., « Constitutive law for the densification of fused silica, with applications in polishing and microgrinding », *J Am Ceram Soc*, 1997, t. 79, n° 6, p. 1441–1452.
- LE HOUÉROU V., SANGLEBŒUF J.C., DÉRIANO S., ROUXEL T. et DUISIT G., « Surface damage of soda lime silica glasses : indentation scratch behavior », *J Non-Cryst Solids*, 2003, t. 316, p. 54–63.
- LEMAÎTRE J. et CHABOCHE J., *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 1985.
- MACKENZIE J., « High-pressure effects on oxide glasses : I, densification in rigid state », *J Am Ceram Soc*, 1963a, t. 46, n° 10, p. 461–470.
- MACKENZIE J., « High-pressure effects on oxide glasses : II, subsequent heat treatment », *J Am Ceram Soc*, 1963b, t. 46, n° 10, p. 470–476.
- MAMMÉRI F., *Relation entre la structure et les propriétés mécaniques de films minces hybrides organiques-inorganiques préparés par voie sol-gel*. Thèse de doctorat, Université de Paris VI, 2003.

- MARSH D., « Plastic flow in glass », *Proc of Royal Soc of London A*, 1964, t. 279, p. 420–435.
- MELLOTT N., DURUCAN C., PANTANO C. et GUGLIELMI M., « Commercial and laboratory prepared titanium dioxide thin films for self-cleaning glasses : Photocatalytic performance and chemical durability », *Thin Solid Films*, 2006, t. 502, p. 112–120.
- NAVIER C., *Résumé des leçons données à École des ponts et chaussées sur l'application de la mécanique à l'établissement des constructions et des machines*. Dunod, 1864.
- NEELY J. et MACKENZIE J., « Hardness and low-temperature deformation of silica glass », *J Mater Sci*, 1968, t. 3, n° 6, p. 603–609.
- NIU Y.F., *Durabilité physico-chimique des verres en milieux aqueux*. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, 2009.
- PERRIOT A., VANDEMBROUCQ D., BARTHEL E., MARTINEZ V., GROSVLET M., MARTINET C. et CHAMPAGNON B., « Raman microspectroscopic characterization of amorphous silica plastic behavior », *J Am Ceram Soc*, 2006, t. 89, n° 2, p. 596–601.
- PETER K., « Densification and flow phenomena of glass in indentation experiments », *J Non-Cryst Solids*, 1970, t. 5, p. 103–115.
- POISSON S., *Traité de mécanique*. J. L. Garnier, 3<sup>e</sup> éd., 1838.
- PRICE D., MISAWA M., SUSMAN S., MORRISON T., SHENOY G. et GRIMSDITCH M., « The structure of phosphorus-selenium glasses i. concentration dependence of the short- and intermediate-range order », *J Non-Cryst Solids*, 1984, t. 66, p. 443–465.
- ROUXEL T., « Elastic properties and short-to medium-range order in glasses », *J Am Ceram Soc*, 2007, t. 90, n° 10, p. 3019–3039.
- ROUXEL T. et SANGLEBŒUF J.C., « The brittle to ductile transition in a soda-lime-silica glass », *J Non-Cryst Solids*, 2000, t. 271, p. 224–235.
- ROUXEL T., JI H., HAMMOUDA T. et MOREAC A., « Poisson's ratio and the densification of glass under high pressure », *Phys Rev Lett*, 2008a, t. 100, n° 225501.
- ROUXEL T., JI H., KERYVIN V., HAMMOUDA T. et YOSHIDA S., « Poisson's ratio and the glass network topology - Relevance to high pressure densification and indentation behavior ». Dans « *Glass - The Challenge for the 21st Century. 9th ESG Conference, June 22 -26, 2008, Trenčín, Slovakia* », , 2008b.
- ROUXEL T., JI H., KERYVIN V., HAMMOUDA T. et YOSHIDA S., « Poisson's ratio and the glass network topology - Relevance to high pressure densification and indentation behavior », *Adv. Mater. Res, Trans. Tech. Publications, Switzerland*, 2008c, t. 39-40, p. 137–146.
- ROUXEL T., JI H., GUIN J.P., AUGEREAU F. et RUFFLÉ B., « The way glass deforms under high contact pressure », *Phys Rev Lett*, 2009. Soumis à publication.
- SCHOLZE H., *Glass : Nature, Structure and Properties*. Springer-Verlag, 1991.
- SNEDDON I., *Fourier Transform*. McGraw-Hill Book Company, Inc., 1951.

- TARDIEU N., *Identification des lois de comportement élastoviscoplastique par indentation*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.
- TARTIVEL R., REYNAUD E., GRASSET F., SANGLEBŒUF J.C. et ROUXEL T., « Superscratch-resistant glass by means of a transparent nanostructured inorganic coating », *J Am Ceram Soc*, 2007, t. 353, p. 108–110.
- TSE J., KUG D. et LE PAGE Y., « High-pressure densification of amorphous silica », *Phys Rev B*, 1992, t. 46, n° 10, p. 5933–5938.
- WEIR C. et SPINNER S., « Comments on " effects of ultrahigh pressures on glass " », *J Am Ceram Soc*, 1962, t. 45, n° 4, p. 196.
- XIN K. et LAMBROPOULOS J.C., « Densification of fused silica : effects on nanoindentation ». Dans « *Proc. SPIE* », t. 4102, p. 112–121, 2000.
- YASUI I. et IMAOKA M., « Finite element analysis of indentation on glass(ii) », *J Non-Cryst Solids*, 1982, t. 50, n° 2, p. 219–232.
- YOSHIDA S., SANGLEBŒUF J.C. et ROUXEL T., « Quantitative evaluation of indentation-induced densification in glass », *J Mater Res*, 2005, t. 20, n° 12.
- ZARZYCKI J., *Les verres et l'état vitreux*. Masson, 1982.
- ZENG K., GIANNAKOPOULOS A. et ROWCLIFFE D., « Vickers indentations in glass ii. comparison of finite element analysis and experiments », *Acta Metall Mater*, 1995, t. 43, n° 5, p. 1945–1954.

# Table des figures

1.1	Mise en évidence du phénomène de transition vitreuse . . . . .	11
1.2	Module d'YOUNG par rapport à la température de transition vitreuse pour différents verres inorganiques. . . . .	12
1.3	Modèle du réseau aléatoire . . . . .	14
1.4	Evolution du taux de densification sur le verre de silice en fonction de la pression appliquée (température ambiante). . . . .	16
1.5	Micrographies optiques d'indentations VICKERS. D'après [ARORA <i>et al.</i> , 1979].	17
1.6	Illustrations des déformations permanentes du verre . . . . .	18
1.7	Essai d'indentation et Courbe force - déplacement. . . . .	19
1.8	Schématisation de la topologie de l'empreinte résiduelle. . . . .	19
1.9	Détermination des volumes caractéristiques d'une indentation VICKERS. . .	20
1.10	Carte d'iso-densification (calée sur la bande D <sub>2</sub> ) dans la zone indentée d'un verre de silice (charge de 500 mN), suivant le profil indiqué par l'image optique, d'après [JI, 2007]. . . . .	21
1.11	Essais d'indentation VICKERS sur du verre de silice pour plusieurs charges, d'après (a) [NIU, 2009], (b) et (c) [YOSHIDA <i>et al.</i> , 2005]. . . . .	22
1.12	Essais d'indentation VICKERS sur du verre à vitre pour plusieurs charges, d'après [YOSHIDA <i>et al.</i> , 2005]. . . . .	22
1.13	Mesures de densité : méthode de flottaison et résultats pour le verre à vitre.	24
1.14	Évolution des propriétés élastiques avec le niveau de pression appliquée, pour le verre à vitre et pour le verre de silice d'après [JI, 2007]. . . . .	25
1.15	Schéma : critères de limite d'élasticité avec leurs directions d'écoulement associées. . . . .	28
1.16	Exemple d'écrouissages en traction et en compression . . . . .	29
1.17	Loi d'évolution de la densification. . . . .	30
1.18	Schéma du problème de BOUSSINESQ . . . . .	31
1.19	Volumes densifiés pour la solution de BOUSSINESQ, charge de 500 mN. . . .	32
1.20	Évolution du volume densifié suivant la profondeur pour la solution de BOUSSINESQ, charge de 500 mN. . . . .	32
1.21	Évolution du volume densifié en fonction de la charge pour le modèle de BOUSSINESQ. . . . .	33
1.22	Schéma du problème de HANSON . . . . .	33
1.23	Géométrie des indenteurs . . . . .	35
1.24	Carte de changement irréversible relatif de densité pour la solution de HANSON, Charge de 500 mN. . . . .	35
1.25	Évolution du volume densifié avec la profondeur pour la solution de HANSON.	36
1.26	Illustration du principe de SAINT VENANT le long de l'axe de symétrie. . .	37
1.27	Illustration du principe de SAINT VENANT le long à la surface. . . . .	37
1.28	Conditions aux limites de blocage. . . . .	38

1.29	Maillage du massif et de l'indenteur conique. . . . .	39
1.30	Volumes densifiés pour le verre à vitre. . . . .	40
1.31	Évolution des volumes densifiés. . . . .	40
1.32	Schématisation des conditions aux limites de blocages. . . . .	41
1.33	Maillage de l'indenteur VICKERS et du massif. . . . .	42
1.34	Variation de la densité à 500 mN pour le verre de silice à 500 mN. . . . .	42
1.35	Variation de la densité pour le verre de silice à 500 mN. . . . .	43
1.36	Évolution des volumes densifiés pour une indentation conique et VICKERS. . . . .	43
2.1	Schéma illustrant différents exemples de critères de plasticité et directions de l'écoulement plastique . . . . .	51
2.2	Critères de limite élastique et directions d'écoulement utilisés dans la littérature pour modéliser le comportement mécanique du verre . . . . .	54
2.3	Premières lois de comportement. . . . .	55
2.4	Loi de comportement en pression avec « pseudo-écrouissage ». . . . .	56
2.5	Lois de comportement étudiées. . . . .	57
2.6	Méthode de prédiction correction . . . . .	60
2.7	Pilotage en déformation pour une compression hydrostatique sur le VER. . . . .	63
2.8	Réponses pour une compression hydrostatique sur le VER. . . . .	63
2.9	Interface entre Intégration locale et Intégration globale. . . . .	64
2.10	Géométrie du glosemphCUB8. . . . .	65
2.11	Déformations du CUB8 suivant les chargements testés. . . . .	66
2.12	Influence du couplage élasticité-densification sur la loi ③ pour un essai de compression hydrostatique, sur le verre de silice. . . . .	67
2.13	Influence du couplage élasticité-densification sur la loi ③ pour un essai de compression hydrostatique, sur le verre à vitre. . . . .	68
2.14	Courbe force-déplacement. Recherche de la limite élastique en cisaillement, $k_0$ , pour le verre de silice lors d'une indentation VICKERS à 250 mN. . . . .	69
2.15	Empreintes suivant les arêtes . . . . .	70
2.16	Choix du maillage, maillage avec des éléments carrés. . . . .	71
2.17	Choix du maillage avec un facteur de forme de 10. . . . .	72
2.18	Influence du frottement lors d'une indentation conique à 500 MPa. . . . .	72
2.19	Influence du frottement lors d'une indentation conique à 500 MPa sur le volume densifié. . . . .	73
2.20	Répartition de la densification - Loi de densification avec écrouissage et saturation sans frottement. . . . .	74
2.21	Répartition de la densification - Loi de densification avec écrouissage et saturation avec un coefficient de frottement de 0,5. . . . .	74
2.22	Évolution de l'empreinte avec un couplage élasto-densification suivant le coefficient de frottement appliqué. . . . .	75
2.23	Influence du frottement lors d'une indentation conique à 500 mN avec un couplage élasticité-densification dans une loi ③. . . . .	75
2.24	Répartition de la densification - Loi de densification avec écrouissage et saturation sans frottement pour le verre de silice. . . . .	76
2.25	Répartition de la densification - Loi de densification avec écrouissage et saturation avec un coefficient de frottement de 0,5 pour le verre de silice. . . . .	77
2.26	Illustration de la loi de comportement mixte. . . . .	78
2.27	Rôle du cisaillement lors d'une indentation conique à 500 MPa sur la courbe force -déplacement. . . . .	79

2.28	Rôle du cisaillement lors d'une indentation conique à 500 MPa sur les profils d'empreinte. . . . .	79
2.29	Répartition de la densification - Loi ④ $k_0 = 4$ GPa, pour le verre de silice. .	80
2.30	Répartition de la densification - Loi ④ avec une limite de 5 GPa. . . . .	80
2.31	Rôle du cisaillement avec un modèle couplé lors d'une indentation conique à 500 MPa sur la courbe force -déplacement pour le verre de silice. . . . .	82
2.32	Répartition de la densification - Loi ⑤ $k_0 = 5$ GPa, sur le verre de silice. . .	84
2.33	Répartition de la densification - Loi ⑤ avec $k_0 = 5$ GPa sur le verre à vitre. .	85
2.34	Courbe force-déplacement pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement $k_0$ de 5 GPa et pour de la silice . . . . .	87
2.35	Comparaison des profils d'empreinte suivant l'arête et la face après une charge de 500mN pour de la silice et pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement $k_0$ de 5 GPa. . . . .	88
2.36	Evolution du volume densifié lors d'une indentation VICKERS pour les différents modèles couplés avec une limite en cisaillement $k_0$ de 5 GPa. . . . .	88
2.37	Cartes d'iso-densification pour la loi ④ après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre de silice. . . . .	90
2.38	Zoom de la figure 2.39. . . . .	90
2.39	Cartes d'iso-densification pour la loi ⑤ après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre de silice. . . . .	91
2.40	Zoom de la figure 2.39. . . . .	91
2.41	Carte d'iso-densification (calée sur la bande D <sub>2</sub> ) dans la zone indentée d'un verre de silice (charge de 500 mN), suivant le profil indiqué par l'image optique, d'après [Jl, 2007]. . . . .	92
2.42	Cartes d'iso-densification pour la loi ⑤ après une indentation VICKERS à 500 mN sur le verre à vitre. . . . .	94
2.43	Zoom de la figure 2.42. . . . .	94
2.44	Loi de comportement écrite en cisaillement et en pression. . . . .	98
2.45	Nouvelles modélisations envisagées. . . . .	100
46	Géométrie d'une indentation conique . . . . .	105
47	Comparaison entre la solution de SNEDDON et celle de HANSON, répartition des contraintes non nulles le long de l'axe Z. . . . .	108
48	Répartition de l'écart de pression entre la solution de SNEDDON et celle de HANSON. . . . .	109
49	Problème de HERTZ - Illustration . . . . .	110
50	Modélisation numérique d'un essai d'indentation : géométrie et conditions aux limites. . . . .	114
51	Maillage d'une indentation conique. . . . .	115
52	Différents repères géométriques utilisés pour la solution d'ASTER, de HANSON et celle de HERTZ. . . . .	116
53	Courbes force - déplacement issues du modèle de HANSON et de la simulation ASTER. . . . .	117
54	Répartition des contraintes à la surface ( $z = 0$ ) pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER. . . . .	118
55	Répartition de $\sigma_{zz}$ le long de l'axe de symétrie ( $\rho = 0$ ), pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER. . . . .	119
56	Répartition de $\sigma_{xx}$ et $\sigma_{yy}$ le long de l'axe de symétrie ( $z = 0$ ), pour le modèle de HANSON et une simulation ASTER. . . . .	119



57	Écart de répartition de pression entre le modèle de HANSON et une simulation ASTER. . . . .	120
58	Écart de répartition de contrainte équivalente de VON MISES entre le modèle de HANSON et une simulation ASTER. . . . .	121
59	Courbes force - déplacement issues du modèle de HERTZ et de la simulation ASTER. . . . .	122
60	Répartition des contraintes à la surface, soit en $z = 0$ , pour le modèle de HERTZ et une simulation ASTER. . . . .	123
61	Comparaison des répartitions de contraintes suivant $x$ et $y$ le long de l'axe de symétrie, soit en $\rho = 0$ pour la le modèle de HERTZ et une simulation ASTER. . . . .	124
62	Comparaison des répartitions des contraintes suivant $z$ le long de l'axe de symétrie, soit en $\rho = 0$ pour la le modèle de HERTZ et une simulation ASTER.	124
63	Ecart de contrainte hydrostatique entre le modèle de HERTZ et une simulation ASTER. . . . .	125
64	Loi d'évolution de la densification . . . . .	126
65	Maillage du massif et de l'indenteur sphérique. . . . .	127
66	Répartition du volume densifié pour une indentation sphérique. . . . .	127
67	Evolution du volume densifié suivant la charge appliquée pour les deux types de verre dans le cas d'une indentation conique. . . . .	128



## Résumé

Ce travail de thèse, articulé en deux parties, se base sur l'étude des déformations permanentes observées expérimentalement dans les verres soumis à de très hautes pressions. Ce phénomène est aussi appelé densification. Mon travail s'articule autour de la modélisation d'une indentation Vickers des verres d'oxydes. L'objectif est ainsi de comprendre et d'identifier les rôles propres de chacun des mécanismes supposés à l'origine de la densification : la déformation par cisaillement et la compression hydrostatique, ainsi que leurs interactions.

Une première étude effectuée dans le cadre de l'élasticité linéaire a mis en évidence le besoin d'une modélisation plus à même de rendre compte des déformations observés. Une seconde étude a consisté à écrire différents modèles de comportement et à les implémenter dans un code de calcul par éléments finis (Cast3M). Les modèles ont été choisis afin d'autoriser une dissociation des rôles du cisaillement et de la pression hydrostatique, nécessaire à la mise en évidence de leur rôle commun dans le phénomène de densification.

Par ailleurs, la mise en place d'un couplage entre les propriétés élastiques des matériaux et la pression, observées expérimentalement et ajoutées à nos modèles de comportement, nous permet une meilleure description de l'essai d'indentation.

Mots clés : Indentation, Verre, Calcul Eléments finis, Loi de Comportement, Cast3M.

## Abstract

This work aims at improving the modelisation of mechanical behaviour of silica and silicate glasses during indentation. First we focused on measurement of permanent deformation observed in hydrostatic compression and indentation test, which is a change in volume called densification. Using an elastic model, both in analytical models of contact and in finite element simulation, we estimated such volume.

In a second time, we proposed a constitutive model in order to evaluate the respective role of different type of deformation : shear stress and densification. These models were implemented to a finite element software (Cast3M).

We also included in our models the pressure dependance of elastic properties, observed during compressive test, in order to improve the description of the comportment in indentation.

Key Words : Indentation, Glasses, Finite Element Method, Constitutive Model, Cast3M.